www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

10e JAARGANG No. 7, blz. 193-224 JULI 1948

Philips Technisch Tijdschrift

BEHANDELENDE TECHNISCHE VRAAGSTUKKEN
SAMENHANGENDE MET DE PRODUCTEN, WERKWIJZEN EN ONDERZOEKINGEN
VAN DE N.V. PHILIPS' GLOEILAMPENFABRIEKEN

REDACTIE: HET NATUURKUNDIG LABORATORIUM DER N.V. PHILIPS' GLOEILAMPENFABRIEKEN, EINDHOVEN

EEN DEMONSTRATIEZAAL VOOR HET REGISTREREN EN WEERGEVEN VAN GELUID EN VOOR FILMPROJECTIE

door de Afd. ELECTRO-ACOUSTIEK. 725.81

De afdeling Electro-Acoustiek van de Philips-fabrieken te Eindhoven beschikt sinds begin 1948 over een nieuwe demonstratiezaal. Deze zaal — ELA-studio genaamd — is ingericht als demonstratiezaal voor diverse programmabronnen, versterkers, luidsprekers en cinema-apparatuur, alsmede voor het registreren van geluid volgens diverse systemen. De acoustiek van de zaal is zodanig, dat de nagalmtijd bij hoge frequenties (0,9 sec bij 2000 per/sec) slechts weinig korter is dan die bij lage frequenties (1,3 sec bij 100 per/sec), hetgeen de weergave der hoge tonen ten goede komt. Een uitgebreid relaissysteem maakt iedere gewenste combinatie mogelijk van een programmabron (microfoon, gramofoon, „Philimil"-band, magnetische geluidsband, radio-ontvanger), een versterker en een of meer luidsprekers. Een regie-lessenaar geeft een of meer programma's door naar de verschillende opneemapparaten: de Philips-Miller-, de magnetische en de fotografische installatie en de apparatuur voor het snijden van gramofoonplaten. Om de studio heen liggen een aantal vertrekken, te weten de microfoonkamer, de spreekruimte, de filmcabine, de regiekamer en de opneemkamer.

Voor het demonstreren van electro-acoustische apparaten, zoals microfoons, pick-ups, versterkers, luidsprekers enz. dient men over een zaal te beschikken die aan bepaalde acoustische eisen voldoet, o.a. wat betreft de nagalmtijd en de geluidsisolatie. Onmisbaar in zulk een zaal is voorts een technische installatie waarmee elke gewenste combinatie van deze diverse apparaten snel tot stand kan worden gebracht; tevens is een zekere mate van comfort noodzakelijk om het resultaat rustig te kunnen beoordelen.

Reeds vóór de oorlog bezat de afdeling Electro-Acoustiek in een der Philips-fabrieken te Eindhoven een zaal, die min of meer aan de genoemde eisen voldeed. Deze zaal werd echter in 1942 totaal verwoest.

Al spoedig rijpte toen het plan, zodra dit weer mogelijk zou zijn, een nieuwe soortgelijke zaal te bouwen en in te richten, maar dan aanzienlijk verbeterd en met een ruimere doelstelling. Zo moest de nieuwe zaal ook worden ingericht voor filmprojectie, en tevens geschikt zijn als studio voor het registreren van geluid en het nasynchroniseren van films,alsmede voor radio-uitzendingen.

Deze zaal nu — „ELA-studio" genoemd, naar de afdeling *Electro-Acoustiek* — is, met de nevenvertrekken, te weten microfoonkamer, spreekruimte, filmcabine, regiekamer en opneemkamer, begin 1948 gereed gekomen. *Fig. 1* geeft een indruk van de ELA-studio, klaar voor filmprojectie. De hoofdafmetingen zijn: lengte 17,6 m, breedte 11,6 m, hoogte 7 m. Voor de plattegrond van de studio met de nevenvertrekken zie *fig. 2*.

Alvorens een technische beschrijving te geven, zij iets gezegd over de architectuur en over de acoustische eigenschappen.

Architectuur

Bij het ontwerpen van de studio was de architect in menig opzicht gebonden. Zo moest hij bij voorbeeld rekening houden met de bijzondere eisen die de acoustiek — zie hieronder —, de luchtverversing en de verwarming stellen. Bovendien moesten de electrische leidingen onzichtbaar en toch op diverse plaatsen gemakkelijk bereikbaar zijn. Ondanks deze vele beperkingen werd een harmonisch geheel verkregen.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

Fig. 1. De ELA-studio, gereed voor filmprojectie.

Langs de wanden is een lambrizering aangebracht, bestaande uit panelen van donkerbruin notenhout. Met hetzelfde materiaal zijn de ventilatiekokers en de rand van het plafond bekleed. Boven de lambrizering zijn de wanden bespannen met een dunne beige stof, die de er achter gelegen acoustische materialen maskeert. Ter verlevendiging zijn over deze stof in grote ruiten zijden koorden gespannen.

De verlichting is deels direct, door lampen aan het plafond, deels indirect door lampen in een koof langs de bovenrand van de lambrizering. De laatstgenoemde lampen beschijnen voornamelijk het bespannen gedeelte der wanden.

Acoustische eigenschappen

Wij verdelen deze in de eigenlijke acoustiek van de zaal en de geluidsisolatie.

Acoustiek van de zaal

Welke eisen dient men te stellen aan de acoustiek — in het bijzonder aan de nagalmtijd — van een zaal, die moet dienen zowel voor het opnemen van geluid als voor de beoordeling van de weergave door luidsprekers?

Zoals duidelijk zal zijn, mag de ruimte noch voor het ene noch voor het andere doel een te lange nagalmtijd bezitten. De klanken zouden daardoor te zeer ineenvloeien.

Aan de andere kant mag een opneemruimte acoustisch niet te dood zijn. Nemen wij bij voorbeeld het extreme geval dat de opneemruimte in het geheel geen nagalm zou hebben, dan zou dit in de eerste plaats voor de musici grote bezwaren opleveren, daar de muziek onnatuurlijk zou klinken. In de tweede plaats zou een opname die in een dode ruimte is gemaakt, moeten worden weergegeven in een afspeelruimte waarvan de acoustiek zeer goed is verzorgd (hetgeen lang niet altijd het geval is), daar anders de weergave te weinig vloeiend zou klinken.

Een afspeelruimte mag evenmin acoustisch te dood zijn, daar de toehoorder in zulk een ruimte de nagalm die in de opname is verwerkt, niet werkelijk „beleeft". Voor de weergave van een opname waarin slechts een gedeelte van de benodigde nagalm is verwerkt, is zeker een bepaalde nagalmtijd van de afspeelruimte gewenst.

Zowel voor het opnemen van muziek als voor het weergeven door luidsprekers is de nagalmtijd dus

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

aan bepaalde grenzen gebonden. Als de beste waarden werden vastgesteld:

100 per/sec . . . . 1,3 sec,
800 per/sec . . . . 1,0 sec,
2000 per/sec en hoger 0,9 sec.

Aangezien, met het oog op de verstaanbaarheid, bij spraak de nagalmtijd korter moet zijn dan bij muziek, is een grote ruimte in het algemeen voor het registreren van spraak minder geschikt. Derhalve werden, naast de studio, een kleine spreekruimte en een microfoonkamer gebouwd, die beide nagenoeg dood zijn.

Een zaal van de gegeven grootte (1500 m³) zou, indien de wanden uit onbeklede, normale bouwsteen bestonden, zowel bij de lage als bij de hoge frequenties een te lange nagalmtijd hebben. Daar de absorptie van bouwsteen toeneemt met de frequentie, zou de nagalmtijd voor de lage frequenties langer zijn dan voor de hoge, waardoor de zaal „hol" zou gaan klinken.

Bijna alle absorptiematerialen hebben de eigenschap dat hun absorptiecoëfficient toeneemt met de frequentie; met andere woorden, bij een voldoende absorptie van de lage frequenties zouden de hoge frequenties te sterk worden geabsorbeerd. Dit is echter ontoelaatbaar, daar het juist op deze hoge frequenties, die het brillante karakter aan het geluid geven, zo zeer aankomt. Om de bovengenoemde nagalmtijden te verwerkelijken, was het dus nodig te zorgen voor een extra-absorptie, uitsluitend voor de lage frequenties.

Bij het berekenen van de nagalmtijd moesten als vaststaande gegevens worden beschouwd:

1. het plafond van pleisterwerk in de vorm van

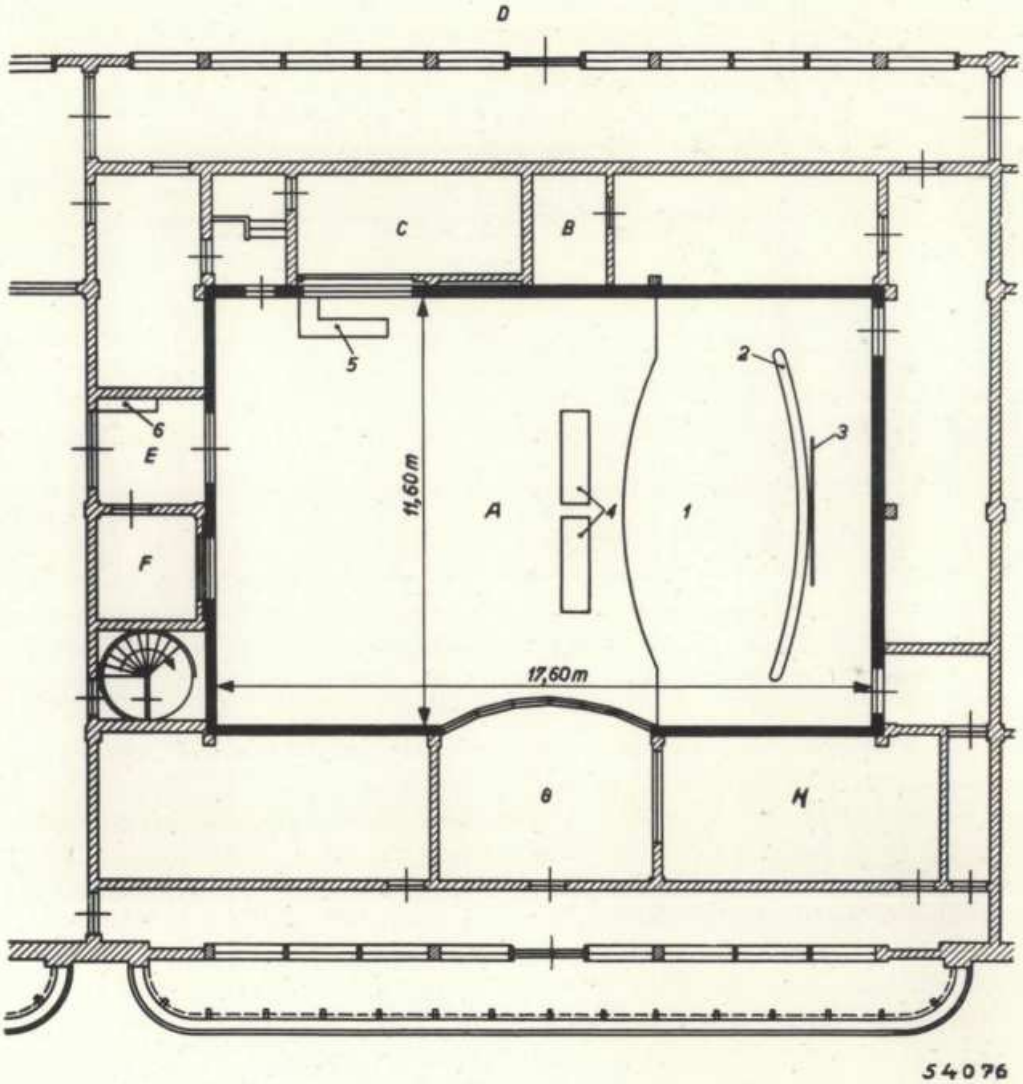

Fig. 2. Plattegrond van het studio-complex. *A* = studio met *1* podium, *2* klankscherm, *3* projectiescherm, *4* demonstratie-tafels met versterkers, *5* lessenaar met gramofoons, hoofdschakelbord, enz.; *B* = accumulatorenkamer; *C* = microfoonkamer; *D* = dakterras; *E* = vestibule met installatie voor gerichte radio-ontvangst (*6*), *F* = spreekruimte; *G* = regiekamer; *H* = geluid-opneemkamer.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

„caissons" (fig. 1), die het geluid diffuus weerkaatsen, en de houten randbetimmering van het plafond,
2. de houten parketvloer, al of niet ten dele met een tapijt bedekt,
3. het gedeelte der wanden dat wordt ingenomen door deuren en ruiten.

Slechts over het resterende gedeelte der wanden kon worden beschikt om de acoustiek zo gunstig mogelijk te maken.

Aan een groot aantal bouw- en bekledingsmaterialen is de absorptiecoëfficient als functie van de frequentie gemeten. Op deze gemeten waarden werden de berekeningen voor diverse ontwerpen gebaseerd.

Na de uitvoering van het ten slotte gekozen ontwerp zijn de nagalmtijden bij verschillende frequenties gemeten [1]), waarbij de resultaten geheel in overeenstemming bleken te zijn met de gewenste waarden.

De lambrizering en de bekleding van de ventilatiekokers zijn uitgevoerd in de vorm van panelen waarachter dempend materiaal is aangebracht. De wanden boven de lambrizering zijn voorzien van verschillende soorten houtvezelplaten. Zowel deze platen als de panelen zijn zodanig geconstrueerd en bevestigd dat het probleem van voldoende absorptie van de lage, en niet te grote absorptie van de hoge frequenties, volledig werd opgelost. Uit aesthetische overwegingen werden de houtvezelplaten aan de voorzijde bespannen met de reeds genoemde dunne stof, die acoustisch nagenoeg geen invloed heeft.

Geluidsisolatie

Om het binnendringen van storende geluiden te vermijden, moest de zaal — die zich op de bovenste verdieping van een ca 40 m hoog gebouw bevindt en 400 ton weegt — van de rest van het gebouw worden geïsoleerd. Hiertoe zijn tussen de vloer van de zaal en de draagvlakken van de pilaren enige lagen bitumineus materiaal aangebracht (*fig. 3*).

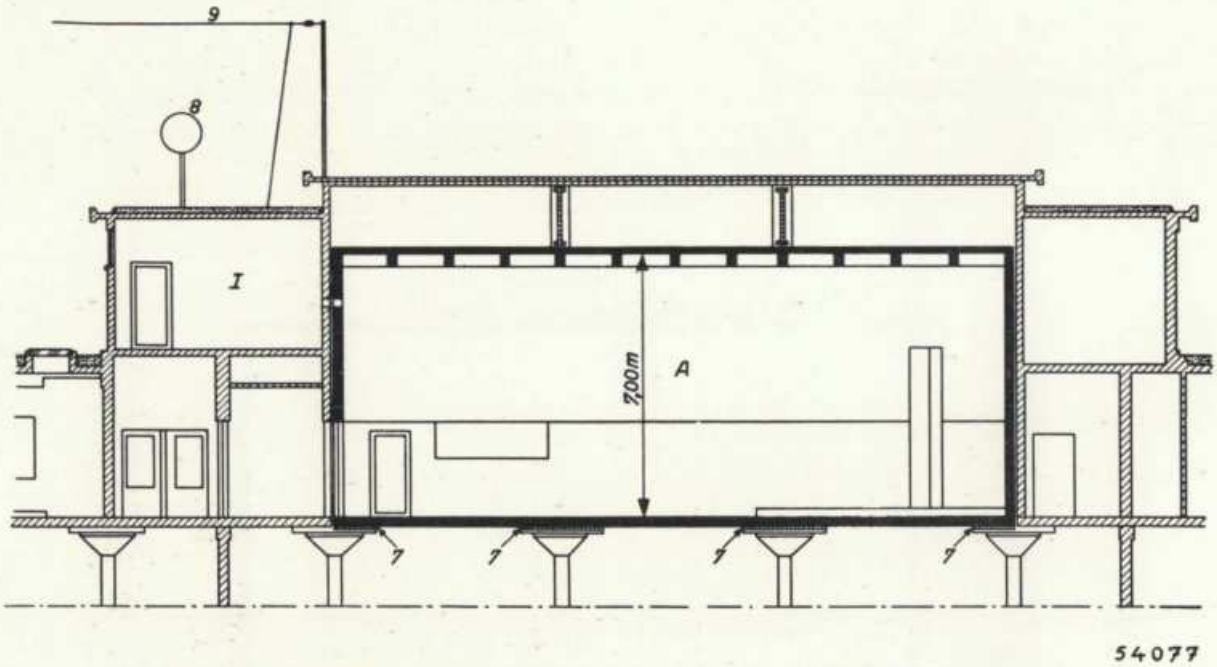

Fig. 3. Verticale doorsnede. *A* = studio, *I* = filmcabine, *7* = geluidsisolatie, *8* = raamantenne, *9* = normale antenne.

De nevenruimten zijn van de zaal gescheiden door spouwmuren. Waar ramen tussen de zaal en een nevenruimte nodig zijn, zorgt een dubbele ruit voor een voldoende geluidsisolatie. Ook de sluiting van de deuren is zodanig geconstrueerd dat geen geluid van buiten in de zaal kan doordringen.

Gaan wij nu over tot de beschrijving van de technische installatie. In hoofdzaak onderscheiden wij drie gedeelten:
1. de inrichting voor electro-acoustische weergave;
2. de cinematografische inrichting;
3. de inrichting voor het registreren van geluid.

[1]) Voor de hierbij toegepaste methode zij verwezen naar twee artikelen van W. Tak: Nagalmmeting, Philips techn. T. **8**, 82-88, 1946, en: Het meten van de nagalmtijd volgens de methode met exponentieel aangroeiende versterking, Philips techn. T. **9**, 371-379, 1947 (No. 12).

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

Electro-acoustische weergave-inrichting

Programmabronnen

De ELA-studio beschikt over de volgende „programmabronnen", waarvan het geluid kan worden weergegeven:

1. microfoons,
2. gramofoons,
3. afspeel-apparaten voor Philips-Miller-geluidsopnamen,
4. afspeel-apparaten voor magnetisch opgenomen geluid,
5. diverse radio-ontvangtoestellen,
6. muzieklijnen (telefoonlijnen voor het overbrengen van muziek).

Microfoons van verschillende typen bevinden zich in de microfoonkamer (*fig. 4*).

Voor het weergeven van gramofoonmuziek zijn in de zaal drie draaitafels aanwezig (*fig. 5*), elk voorzien van drie verschillende pick-ups, die naar keuze kunnen worden ingeschakeld.

In de nabijheid hiervan bevinden zich het Philips-Miller-weergeefapparaat en een normale radio-ontvanger. Bovendien heeft men de beschikking over een speciaal radiotoestel (*fig. 6*), met gerichte ontvangst ter eliminatie van storende zenders. Het is aangesloten op een raamantenne (fig. 3), die al of niet in combinatie

Fig. 4. Microfoonkamer (*C* in fig. 2), met vier verschillende microfoons. Op de voorgrond een verplaatsbaar schakelbord met drukknoppen en signaallampjes. Op de achtergrond twee luidsprekers voor radiodistributie.

Fig. 5. Lessenaar (*5* in fig. 2) met, van voren naar achteren: Philips-Miller-weergeefapparaat, hoofdschakelbord met drukknoppen, signaallampjes en niveaumeters, drie gramofoons (elk met drie pick-ups), radio-ontvangtoestel.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

Fig. 6. Installatie, bevattende een radiotoestel voor gerichte ontvangst, een contrôleluidspreker, een gramofoon, een niveaumeter en een schakelpaneel met correctiefilters.

met een gewone antenne wordt gebruikt [2]). De bandbreedte kan bij dit toestel veel verder worden opgevoerd dan bij een normaal radiotoestel; dank zij het richteffect van het antennesysteem kan namelijk ook bij zeer grote bandbreedte een ongestoorde ontvangst worden bereikt, hetgeen bij een gewoon toestel niet het geval zou zijn.

Een afspeel-, tevens opneemapparaat volgens het magnetische systeem bevindt zich in de opneemkamer.

Muzieklijnen ten slotte kunnen verbinding geven met bijv. het Concertgebouw te Amsterdam [3]), de Nederlandse omroepstudio's, enz.

Versterkers

De te demonstreren versterkers bevinden zich op tafels in de zaal en langs de wand (*fig. 7*) en kunnen, door middel van een relaissysteem, dat hieronder zal worden besproken, naar keuze tussen een der programmabronnen en een luidspreker worden geschakeld.

Luidsprekers

Op het podium van de zaal bevindt zich een groot klankscherm (*fig. 8*), dat plaats biedt voor 12 luidsprekersystemen, waarvan er een of meer naar keuze met een van de versterkers kunnen worden verbonden.

Op het dakterras naast de studio zijn enige luidsprekers voor gebruik in de open lucht opgesteld; ook deze kunnen over een van de bovengenoemde versterkers met een programmabron worden verbonden.

In de microfoonkamer kunnen luidsprekers worden beluisterd die zijn bestemd voor gebruik in kleine ruimten of in de huiskamer, zoals bijv. bij radiodistributie.

Stereofonie

Het zal nauwelijks vermelding behoeven dat de zaal ook is ingericht voor stereofonische weergave van geluid [4]), dat hetzij stereofonisch is opgenomen volgens het Philips-Miller- of het magnetische systeem, hetzij wordt opgevangen door een „kunsthoofd", bijv. in een concertzaal elders. De verbinding met de ELA-studio wordt in dit laatste geval tot stand gebracht over muzieklijnen (zie noot [3])) of eventueel door middel van een speciale radio-uitzending met twee zenders en twee ontvangers.

Fig. 7. Tafels met demonstratie-versterkers (*4* in fig. 2). Links vooraan een verplaatsbaar schakelbord, overeenkomstig het in fig. 4 afgebeelde.

[2]) P. Cornelius en J. van Slooten, Installaties voor verbeterde omroepontvangst, Philips techn. T. **9**, 55-64, 1947 (No. 2).

[3]) Herinnerd zij aan de onlangs in dit tijdschrift besproken proef, waarbij een uitvoering in het Concertgebouw werd „gedupliceerd" in de ELA-studio; zie R. Vermeulen, Multiplicatie van concerten, Philips techn. T. **10**, 167-175, 1948 (No. 6).

[4]) K. de Boer, Stereofonische geluidsweergave, Philips techn. T. **5**, 112-119, 1940.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

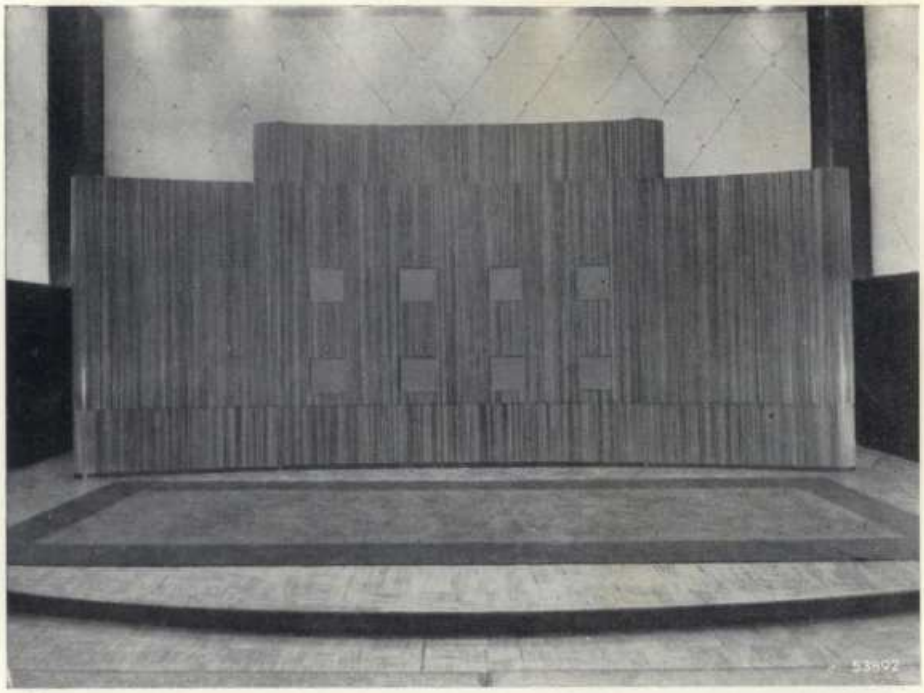

Fig. 8. Klankscherm op het podium (2 in fig. 2), waarop 8 luidsprekersystemen zijn gemonteerd (dit aantal kan tot 12 worden verhoogd). Door het openslaan van het middelste gedeelte komt het projectiescherm vrij (zie fig. 1).

Schakelsysteem

Om iedere gewenste combinatie van programmabron, versterker en luidspreker snel tot stand te kunnen brengen, is het volgende schakelsysteem toegepast.

Elk der programmabronnen kan over relaiscontacten worden aangesloten op ingangsleidingen, die naar alle versterkers lopen. De uitgang van iedere versterker kan over een tweede stel relaiscontacten op een uitgangsleiding worden geschakeld, waarop een derde groep relaiscontacten een of meer luidsprekers kan aansluiten.

De relais worden bediend door drukknoppen op vier parallel verbonden schakelborden. Twee van deze borden zijn vast aangebracht, nl. het hoofdschakelbord in de zaal en het schakelbord op het dakterras. De beide andere zijn verplaatsbaar; het ene bevindt zich in de zaal, het andere in de microfoonkamer.

Van elk dezer vier schakelborden uit kan men door het indrukken van knoppen een keuze maken uit de beschikbare programmabronnen, versterkers en luidsprekers. Bij het indrukken van een knop op een der schakelborden gaat niet alleen een signaallampje bij deze knop, doch ook bij de overeenkomstige drukknoppen op de andere schakelborden en bij de ingeschakelde apparaten branden.

De leidingen, die bij zulk een ingewikkeld schakelsysteem uiteraard lang zijn, hebben deels een zeer laag, deels een vrij hoog energie-niveau, zodat er gevaar van „overspreken" ontstaat. Om dit te voorkomen, zijn de kokers waarin de leidingen liggen, verdeeld in vier onderling afgeschermde vakken, die elk een groep leidingen met ongeveer gelijk energie-niveau bevatten.

Cinematografische inrichting

Het middelste gedeelte van het klankscherm kan als een porte brisée worden opengeslagen, waardoor het projectiedoek (3,65 m × 2,75 m), dat is afgesloten door een gordijn, vrij komt. Achter het projectiedoek bevinden zich de cinema-luidsprekersystemen: voor de lage tonen gemonteerd op een grote houten hoorn, voor de hoge tonen op een multicellulaire metalen hoorn.

In de filmcabine (*fig. 9*) zijn twee projectoren opgesteld. Daartussen bevindt zich de versterkerkast. Ieder der hoge-intensiteitsbooglampen wordt gevoed door een eigen gelijkrichter, die in een zijvertrek is ondergebracht.

In de cabine is plaats gereserveerd voor een derde projector voor demonstratiedoeleinden of proefnemingen.

In de wand bevindt zich bij elk der projectoren een paneeltje met drukknoppen en schakelaars voor het omschakelen van de gelijkrichters en voor de regeling van de zaalverlichting. Wat deze laatste betreft, de zaal wordt verlicht door gloeilampen

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

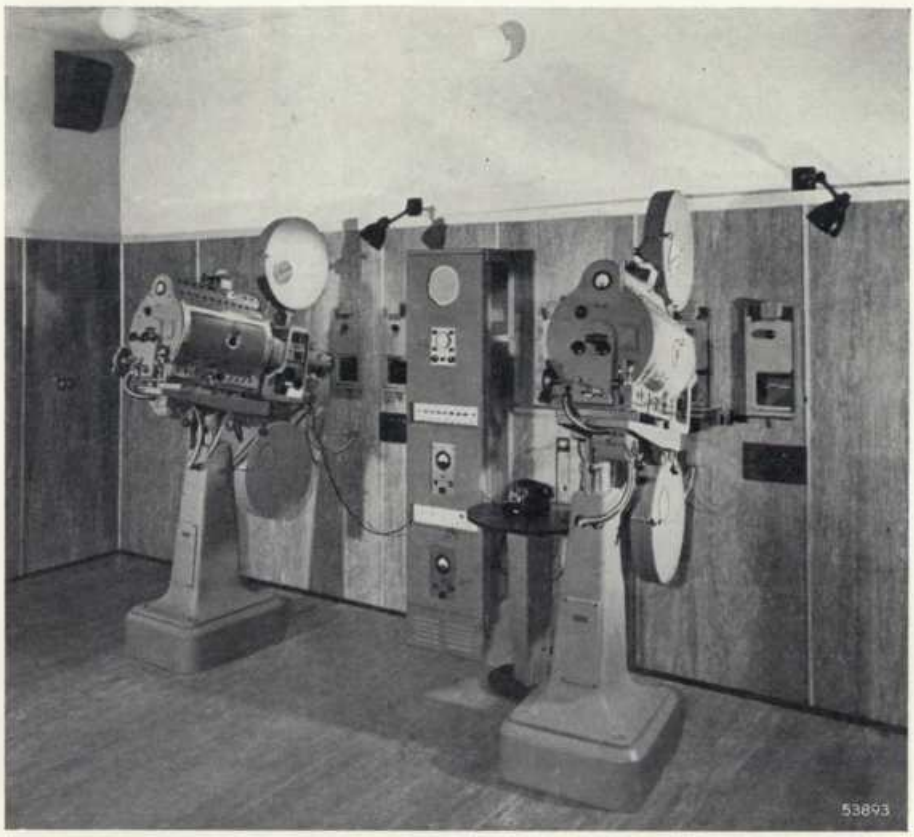

Fig. 9. Filmcabine, met twee Philips-projectoren type FP 7 en een versterkerkast type 2834. Aan de muur, bij elke projector, een paneeltje met signaallampen, drukknoppen en schakelaars voor het omschakelen van de gelijkrichters en voor de bediening van de zaalverlichting. Vóór de cabinevensters automatische valkleppen. Links bovenaan een communicatieluidspreker.

(totaal verbruik 20 kW). De installatie voor de zaalverduistering kan van de cabine en van de zaal uit worden bediend, waarbij tegelijkertijd de motor voor het geleidelijk openen en sluiten van het gordijn vóór het projectiedoek wordt ingeschakeld.

De geluidsterkte kan eveneens zowel van de cabine als van de zaal uit worden geregeld.

Het spreekt van zelf dat bij de inrichting van de cabine aan brandveiligheid de nodige aandacht is besteed. Zo zijn de vensters tussen de cabine en de zaal voorzien van ijzeren valkleppen (fig. 9), die tijdens het bedrijf door een electromagneet worden opengehouden. Bij filmbrand in de projector wordt de bekrachtigingsstroom van deze electromagneten automatisch verbroken, waardoor de kleppen voor de vensters vallen.

Inrichting voor het registreren van geluid

Het geluid kan met behulp van de aanwezige installaties volgens diverse systemen worden geregistreerd. Het vast te leggen geluid kan afkomstig zijn van:

1. microfoons in de zaal,
2. de microfoon in de spreekruimte,
3. muzieklijnen,
4. andere geluidsbronnen.

De signalen komen binnen op een menglessenaar met vier ingangskanalen (*fig. 10*), die is opgesteld in de regiekamer. De operateur aan deze lessenaar heeft door een groot venster een ruim uitzicht op de zaal.

In een aangrenzend vertrek zijn apparaten voor het registreren van geluid volgens onderstaande systemen opgesteld, die desgewenst gelijktijdig eenzelfde programma kunnen opnemen:

1. het Philips-Miller-systeem, in twee uitvoeringen,
2. het magnetische systeem,
3. het fotografische systeem,
4. het gramofoonplatensysteem.

Bij elk dezer methoden een korte toelichting:

Bij het Philips-Miller-systeem[5]) wordt langs electromagnetische weg een geluidspoor gesneden in „Philimil"-band, d.i. een band van celluloid, bedekt met een doorzichtige laag gelatine,

[5]) R. Vermeulen, Het Philips-Miller-systeem voor geluidsregistratie, Philips techn. T. 1, 107-114, 1936.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

Fig. 10. Menglessenaar in de regiekamer (*G* in fig. 2). Het gebogen raam geeft uitzicht op de zaal; door het venster rechts kijkt men in de opneemkamer.

waarop een zeer dunne ondoorzichtige laag is aangebracht. Het opgenomen geluid kan reeds een fractie van een seconde na het registreren worden weergegeven.

Van de „Philimil"-band kunnen langs fotografische [6]) of mechanische weg copieën worden vervaardigd, al naar gelang het gebruik dat van deze copieën zal worden gemaakt.

In installaties voor filmstudio's gebruikt men geperforeerde „Philimil"-band van 35 mm breedte; voor omroepdoeleinden werkt men met ongeperforeerde band, die 7 mm breed is. Beide uitvoeringen zijn in de opneemkamer vertegenwoordigd; *fig. 11* laat de apparatuur voor band van 7 mm zien.

Volgens de magnetische methode [7]) wordt het geluidspoor in de vorm van een wisselende remanentie op een band van magnetiseerbaar materiaal vastgelegd. Ook hier is onmiddellijke weergave van het geregistreerde geluid mogelijk.

Dit laatste is niet het geval bij de foto-

[6]) Zie: R. J. H. Alink, C. J. Dippel en K. J. Keuning, Het metaal-diazonium-systeem voor fotografische reproductie, Philips techn. T. **9**, 289-300, 1947 (No. 10).

[7]) Dit magnetische systeem wordt alleen voor professionele doeleinden gebruikt.

Fig. 11. Opneemkamer (*H* in fig. 2). In het midden een dubbele Philips-Miller-apparatuur voor het registreren op band van 7 mm. Links: rek met voedingsapparaten, rechts: rek met versterkers.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

grafische methode (ook besproken in het artikel dat in noot [5]) werd aangehaald), waarbij het geluidspoor moet worden ontwikkeld alvorens te kunnen worden weergegeven.

Het snijden van gramofoonplaten geschiedt gewoonlijk op een installatie die geschikt is voor het vastleggen van geluid op lakplaten. Een speciale installatie voor het registreren op wasplaten is tevens aanwezig.

Een bijzondere toepassing van geluidsregistratie is het nasynchroniseren van films. Ook hierop is de studio ingericht. De stomme film wordt dan op het scherm geprojecteerd, terwijl het bijbehorende geluid synchroon met het beeld in de studio of in de spreekcel wordt voortgebracht en op „Philimil"-band of langs fotografische weg wordt vastgelegd.

Communicatiemiddelen

Voor de communicatie tussen personen in de studio en in de nevenruimten (filmcabine, microfoonkamer, spreekruimte, regiekamer, opneemkamer) zijn drie systemen toegepast, die ieder hun eigen verdiensten hebben:

1. een huistelefoon-installatie,
2. een systeem met lichtsignalen,
3. een stelsel met microfoons en luidsprekers.

Hiermee willen wij deze beschrijving besluiten, die menig punt onaangeroerd moest laten. De bedoeling was slechts, een indruk te geven van de veelzijdige electro-acoustische en cinematografische installaties in deze studio, die in overeenstemming zijn met de stand van de hedendaagse techniek.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

EEN VERBETERDE CAMERA VOOR RÖNTGENDIFFRACTIE-OPNAMEN

door W. PARRISH *) en E. CISNEY *). 548.73:621.386.1:778.332

Voor het verkrijgen van röntgendiffractie-diagrammen van hoge kwaliteit bij korte belichtingstijden is door de North American Philips Co., Inc., een verbeterde Debije-Scherrer-camera ontwikkeld. In dit artikel worden een aantal factoren beschouwd die bij de constructie der camera een rol spelen en die van invloed zijn op de hoedanigheid der diagrammen. De vereiste compromissen tussen eigenschappen als lijnintensiteit, lijnscherpte (scheidend vermogen), contrast en lijnvorm worden door verschillende hulpmiddelen gunstig beïnvloed. Bijv. wordt de intensiteit, zonder verlies in scheidend vermogen, aanzienlijk verbeterd door het gebruik van een rechthoekige collimatoropening voor de röntgenstralenbundel. Het contrast wordt vergroot door de primaire bundel voor en achter het preparaat met een collimator- resp. een uitgangskoker te omgeven, waardoor de filmzwarting die afkomstig is van in de lucht verstrooide straling, wordt verminderd. Er wordt uiteengezet hoe deze kokers moeten worden gedimensionneerd teneinde de verstrooiing in de lucht tot een minimum terug te brengen zonder dat essentiële gedeelten van het diffractie-diagram worden onderschept en zonder dat verstrooiing aan de kokers zelf optreedt. Voor verschillende doeleinden zijn aldus de optimale kokers berekend en geconstrueerd. De kokers zijn gemakkelijk te verwisselen. Het werken met de camera's is ook overigens aanzienlijk vereenvoudigd door toepassing van een aantal door Buerger aangegeven mechanische constructieprincipes.

Dit artikel bevat een beschrijving van een verbeterde camera voor het fotografisch opnemen van röntgendiffractie-diagrammen van polykristallijne (bijv. poedervormige) preparaten volgens Debije en Scherrer. Over het nut van deze diagrammen behoeven we hier niet uit te weiden. We kunnen volstaan met op te merken dat zij in wetenschappelijke en industriële laboratoria op ruime schaal worden toegepast voor de identificatie of chemische analyse van materialen, voor het onderzoek van kristalstructuur, korrelgrootte, spanningstoestand, textuur, enz. [1]).

In *fig. 1* is, wellicht ten overvloede, het principe van de Debije-Scherrer-camera toegelicht. De camera is een cylindrische doos, in welker as het eveneens cylindrische preparaat wordt gebracht en tegen welker binnenwand de filmstrook wordt gelegd. Door een opening in de cylinderwand treedt de (zoveel mogelijk monochromatische) bundel röntgenstralen binnen. Een deel hiervan wordt door de kristalletjes in het preparaat onder zeer bepaalde hoeken verstrooid, en veroorzaakt zodoende karakteristieke diffractielijnen op de film, terwijl het niet verstrooide gedeelte van de (primaire) bundel recht doorgaat en de camera door een opening in de tegenoverliggende zijde van de cylinderwand weer kan verlaten.

Een goed geconstrueerde Debije-Scherrer-camera moet voldoen aan de eisen, dat het opnemen van een diagram gemakkelijk en snel kan gebeuren en dat de verkregen diagrammen van de best mogelijke kwaliteit zijn.

Wat de maatregelen betreft die verband houden met het gemak van werken, zijn de door de North American Philips Co., Inc. vervaardigde camera's in hoofdzaak gebouwd volgens het voorbeeld van de camera's die enkele jaren geleden door Buerger werden beschreven. De door Buerger gegeven richtlijnen beogen o.a. een vergemakkelijking van het justeren van de camera ten opzichte van de röntgenbuis, het reproduceren van de justering na tijdelijke verwijdering van de camera, het centreren van het preparaat in de camera, het vlug inleggen

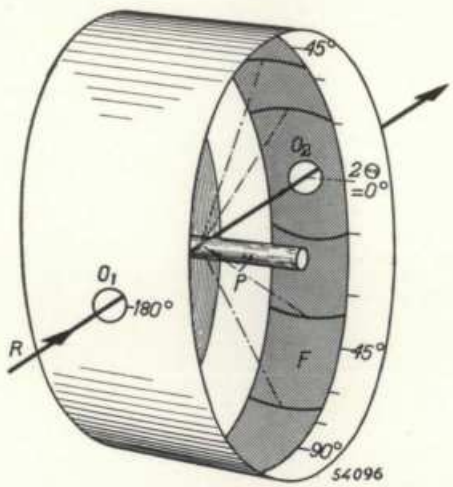

Fig. 1. Principe van de Debije-Scherrer-camera. R monochromatische röntgenstralenbundel, die door een opening O_1 de cylindrische camera binnentreedt en in het preparaat P voor een deel afgebogen wordt. De niet-afgebogen gedeelten van de bundel verlaten de camera door een opening O_2. De afgebogen stralen veroorzaken de lijnen (ring-stukken) van het diffractie-diagram op de film F.

*) Philips Laboratories, Inc., Irvington-on-Hudson, N.Y., U.S.A.

[1]) Een overzichtsartikel over toepassingen van de Debije-Scherrer-methode vindt men bij voorbeeld in Philips techn. T. **5**, 161-170, 1940. — Enige maanden geleden is in dit tijdschrift een artikel gewijd aan een diffractie-apparaat met Geiger-teller, dat eveneens door de North American Philips Co., Inc., wordt gefabriceerd en dat de directe meting van de intensiteitsverdeling bij de röntgendiffractie mogelijk maakt (Philips techn. T. **10**, 1-13, 1948 (No. 1)). De methode met de Geiger-teller en de fotografische methode kunnen elkaar dank zij hun specifieke eigenschappen uitstekend aanvullen.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

van de film, enz.[2]) Het succes bij de verwezenlijking van deze gedachten hangt in hoofdzaak af van de mechanische uitvoering, die aan de uiterste eisen van precisie moet beantwoorden. We willen ons in dit artikel niet uitvoerig hiermee bezig houden; slechts worden enige details toegelicht door de *figuren 2* en *3* en de bijbehorende onderschriften. Daarentegen zullen de snelheid van de opname en de kwaliteit der verkregen diagrammen meer in den brede worden beschouwd.

Fig. 2. De door de North American Philips Co., Inc., vervaardigde Debije-Scherrer-camera's, met diameter 57,3 respectievelijk 114,6 mm. Los naast de camera's liggen de deksels. Deze sluiten lichtdicht af, zodat de belichting niet in een donkere kamer behoeft plaats te vinden en de film ook niet met zwart papier behoeft te worden bedekt. In elke camera loopt de primaire röntgenstralenbundel door twee conische kokers, waartussen het zeer dunne staafvormige preparaat komt te staan. Nadat het preparaat ruwweg in de as van de camera is gebracht, wordt het gecentreerd door middel van een duwer, die loodrecht op de camera-as staat en van schroefdraad is voorzien. Om dit te vergemakkelijken, wordt een vergrootglaasje over het uiteinde van de uitgangskoker geschoven. Tijdens de opname zit op dit uiteinde een busje met een fluorescerend schermpje, waarop de primaire bundel en de schaduw van het preparaat zichtbaar zijn, zodat men de justering van de camera en van het preparaat nog kan controleren. Aan de binnenkant van het schermpje bevindt zich een afsluiting met zwart papier om de camera lichtdicht te maken, aan de buitenzijde een venster van loodglas, dat de restanten van de primaire bundel absorbeert zonder het fluorescerend schermpje aan het gezicht te onttrekken. De film wordt in de camera gelegd volgens de methode van Straumanis: zij beslaat bijna 360° en er worden twee gaten, met de genormaliseerde diameter van 9 mm, in geponst op de plaatsen waar de beide kokers moeten worden ingezet. Met een beweegbaar hefboompje duwt men tegen een uiteinde van de film, terwijl het andere uiteinde door een vaste aanslag wordt tegengehouden; hierdoor komt de film overal stijf tegen de binnenwand van de camera aan te liggen. Dank zij een zorgvuldige constructie van de kokers kunnen deze voor het inleggen van de film worden verwijderd en daarna weer op hun plaats gezet met behoud van de exacte justering.

[2]) M. J. Buerger, The design of X-ray powder cameras, J. Appl. Phys. **16**, 501-510, 1945; zie ook: M. J. Buerger, An X-ray powder camera, Amer. Mineralogist **21**, 11-17, 1936.

Eigenschappen die de kwaliteit van een diffractiediagram bepalen

Inlichtingen omtrent de aard van het bestraalde preparaat kunnen worden afgeleid uit de ligging (d.i. de afbuighoeken) der diffractielijnen, uit hun relatieve intensiteiten en uit de lijnvorm. Een goed diagram dient derhalve de volgende eigenschappen te bezitten:

1) *Alle belangrijke lijnen* dienen geregistreerd te zijn. Dit slaat speciaal op zeer zwakke lijnen, welke bij kwantitatieve chemische analyses door middel van röntgendiffractie vaak van belang zijn, en op lijnen met zeer kleine of zeer grote afbuighoeken (2Θ in de buurt van $0°$ of $180°$; Θ is de reflectiehoek volgens Bragg).
2) *Grote lijnscherpte*. Deze maakt een nauwkeurige bepaling van de diffractiehoeken mogelijk en waarborgt tevens een goed scheidend vermogen voor naburige lijnen.
3) *Goed contrast* van het gefotografeerde beeld, dwz. een in verhouding tot de intensiteit der lijnen zo gering mogelijke en relatief gelijkmatige algemene zwarting (sluier) van de film. Een te sterke sluiering zal niet alleen schadelijk zijn voor het duidelijk zichtbaar afbeelden van zeer zwakke lijnen (vgl. punt 1)), maar tevens zal zij de juiste meting der relatieve intensiteiten zowel van sterke als van zwakke lijnen bemoeilijken.
4) *Goede lijnvorm*. Hiermee is bedoeld een juist contour, een gelijkmatige zwarting, en met name een constante intensiteit over de voor de metingen gebruikte lengte van elke lijn (voorzover de gewenste inlichtingen niet juist uit een verbreding of korreligheid van de lijn of uit een bepaald intensiteitsverloop langs elke lijn moeten worden geput). Deze eigenschap is van belang voor een goede definitie van de plaats der lijnen en voor juiste intensiteitsmetingen.

Ten einde aan de eis van korte belichtingstijden te voldoen, vooral met het oog op de onder 1) genoemde wens, moeten we aan dit lijstje van desiderata nog toevoegen:

5) *Hoge intensiteit* der buigingslijnen.

Gezichtspunten voor de cameraconstructie in verband met opnamekwaliteit en belichtingstijd

Beschouwt men de maatregelen waardoor de bovengenoemde eigenschappen kunnen worden beïnvloed, dan bemerkt men dat de gestelde eisen op verschillende punten met elkaar in strijd zijn. Voor een toelichting hiervan is het 't gemakkelijkste om uit te gaan van de lijnscherpte.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

De factoren die de lijnscherpte bepalen, zijn in hoofdzaak de diameter van de camera, de breedte en de divergentie van de primaire röntgenstralenbundel en de diameter van het preparaat.

Op grond van eenvoudige geometrische beschouwingen is in te zien dat met toenemende diameter van de camera de lijnen scherper worden (dwz. smaller in verhouding tot hun onderlinge afstanden). Aan het vergroten van de camera wordt echter spoedig een grens gesteld door het sterk dalen van de intensiteit der lijnen op de film. Om de belichtingstijden binnen redelijke grenzen te houden, gaat men

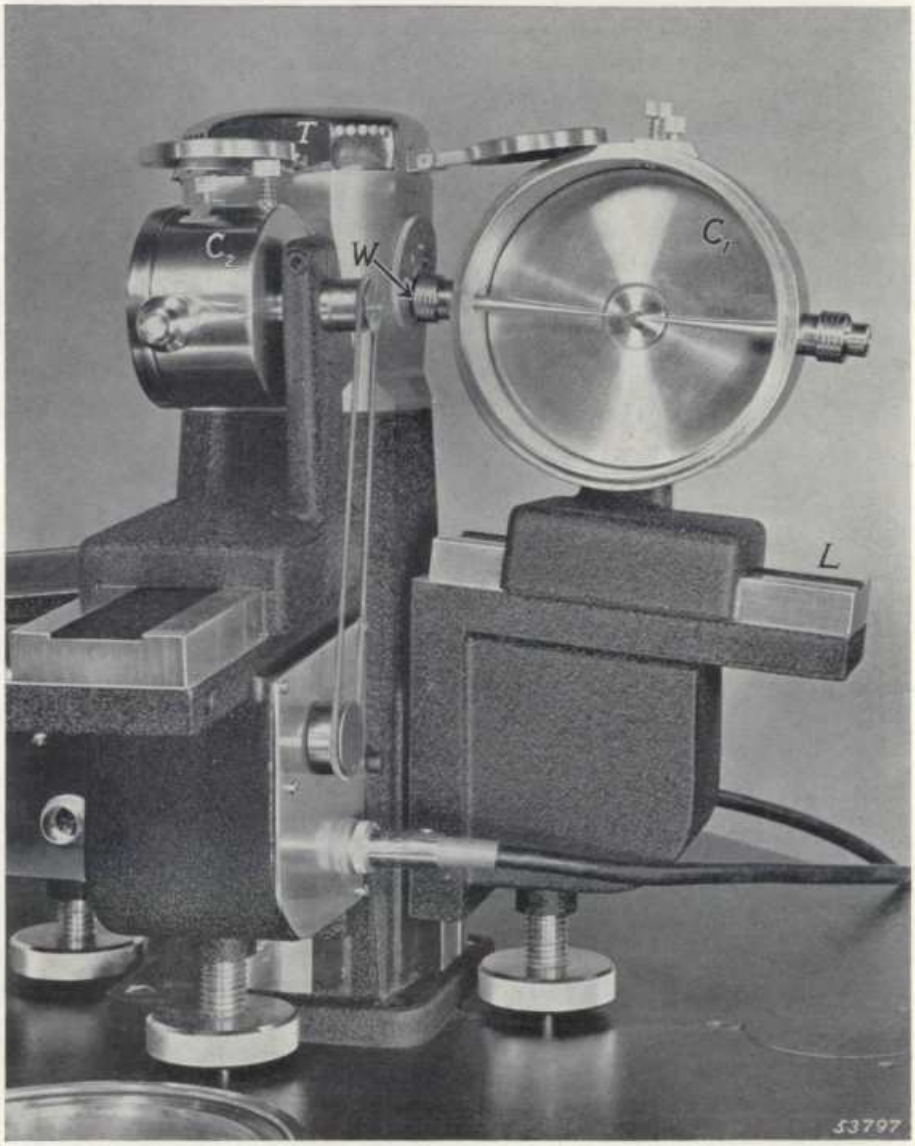

Fig. 3. De beide camera's, C_1 en C_2, in positie gebracht bij een röntgenbuis T op de dekplaat van een Philips-diffractie-apparaat (met eenzelfde buis kunnen in het algemeen twee of vier camera's tegelijk worden bedreven). Elke camera staat met haar voetstuk op een soort optische bank L. Het justeren van de camera ten opzichte van het bijbehorende uittreevenster (W) der röntgenbuis gaat zeer gemakkelijk, doordat men de camera ten opzichte van het voetstuk om haar as kan draaien en in de richting van de as verschuiven, terwijl men de bank in verticale richting kan verschuiven en om een verticale as zwenken. Na het justeren kan de camera, voor het uitnemen en inleggen van een film, van de bank worden afgehaald en er weer opgezet zonder dat hernieuwde justering nodig is. Grote en kleine camera kunnen worden verwisseld zonder verandering van de positie van de bank. Ook de röntgenbuis is zo geconstrueerd dat zij zonder nieuwe justering kan worden verwisseld voor een andere (bijv. met een ander antikathode-materiaal). De banken zijn onder een hoek van 6° met de horizontaal opgesteld. Is de camera zo om haar as gedraaid dat de hartlijn van de kokers evenwijdig aan het glijvlak van de bank ligt, dan sluit de gebruikte röntgenstralenbundel dus ook een hoek van 6° in met het, horizontaal gelegen, voorvlak van de anode der röntgenbuis. Door een kleine draaiing van de camera en een opwaartse verschuiving van de bank kan men deze hoek kleiner maken (bijv. 3°). In de console onder elke bank is een kleine electromotor ingebouwd, waarmee het preparaat tijdens de opname om zijn eigen as kan worden gedraaid.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

bij het hier bedoelde type camera's in het algemeen niet verder dan tot de veel gebruikte diameter van 114,59 mm. De Philips-camera's bezitten diameters van 114,59 en 57,3 mm [3]).

Fig. 4 laat zien dat de diffractielijnen ook scherper worden naarmate de primaire röntgenstralenbundel minder divergeert. Anderzijds echter is een te kleine divergentie nadelig voor de intensiteit. Immers, met een kleinere divergentie correspondeert een kleiner oppervlak van het focus der röntgenbuis dat tot de bestraling van het preparaat kan bijdragen (bij gegeven afstand tussen focus en preparaat en gegeven hoek tussen bundelrichting en anodeoppervlak). Wederom zal dus een compromis tussen lijnscherpte en lijnintensiteit nodig zijn.

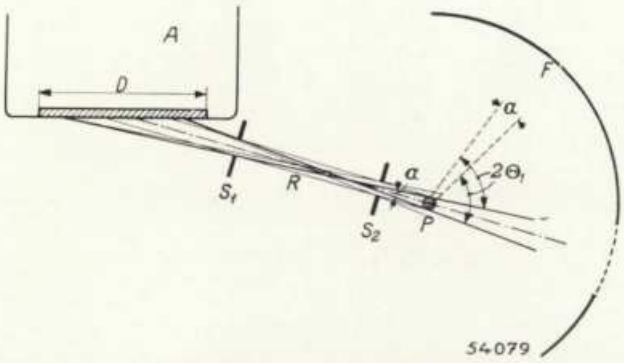

Fig. 4. Verticale doorsnede van de cylindrische camera (niet op schaal getekend). F is de film, P het preparaat, A de anode, D het focus, S_1 en S_2 de bundelbegrenzende diafragma's. De divergentie van de primaire röntgenstralenbundel R (die in dit geval wordt bepaald door de diafragma-opening S_1 en de diameter van het preparaat) is α. Dezelfde hoek α treedt op tussen stralen die in de buitenste punten van de dwarsdoorsnede van het preparaat worden afgebogen en die tot eenzelfde buigingslijn bijdragen ($2\Theta_1$ = afbuighoek).

Ten slotte de diameter van het preparaat (die ook de vereiste breedte van de primaire bundel bepaalt). Om behoorlijk scherpe lijnen te verkrijgen is het noodzakelijk het preparaat uiterst dun te maken, in sommige gevallen 0,3 mm of nog minder. De door het preparaat verstrooide röntgenenergie zal dan klaarblijkelijk zeer klein worden. Aldus komt opnieuw het antagonisme van lijnscherpte en lijnintensiteit naar voren. In dit geval zijn echter ook nog andere der bovengenoemde eisen in het conflict betrokken. Naarmate het preparaat dunner wordt gemaakt, krijgt men nl. een ongunstiger situatie voor het contrast van het diagram en voor de lijnvorm. Dit is als volgt in te zien.

De voornaamste oorzaak voor het ontstaan van een gelijkmatige, het contrast benadelende, achtergrondzwarting op de film is de verstrooiing welke de primaire bundel ondervindt in de lucht die hij op zijn weg door de camera doorloopt [4]). Bij een gegeven lengte van deze luchtweg, en onder de voorwaarde dat de breedte van de bundel in alle gevallen gelijk aan de preparaatdikte wordt gemaakt, zal het luchtvolume dat de ongewenste verstrooiing veroorzaakt, evenredig met deze dikte afnemen. Daarentegen neemt het volume van het preparaat dat tot de gewenste diffractie bijdraagt, met het kwadraat van de preparaatdikte af, zodat de verstrooiing door de lucht in verhouding sterker op de voorgrond zal treden naarmate men met een dunner preparaat werkt.

Op soortgelijke wijze is de ongunstige invloed op de lijnvorm te begrijpen. Bij een gegeven gemiddelde grootte der, willekeurig in het preparaat georienteerde, kristalletjes neemt het aantal bestraalde kristallen af met het kwadraat van de preparaatdikte. Hetzelfde geldt dus ook voor het gemiddelde aantal vlekjes waaruit elke diffractielijn opgebouwd wordt. De lijnbreedte echter, waarover de vlekjes verdeeld worden, gaat slechts evenredig met de preparaatdikte omlaag. Bij vermindering van deze dikte zullen de lijnen in het diffractie-diagram dus steeds minder gelijkmatig worden gezwart en in het uiterste geval zullen zij een korrelig of gespikkeld aanzien krijgen. (Vooral bij het onderzoek van verbindingen met lage kristalsymmetrie, waarbij een bepaald soort vlakken slechts in één of enkele standen van het kristal in de juiste orientering komt, is dit effect merkbaar.)

De verschillende compromissen die blijkens het bovenstaande bij het ontwerpen van een Debije-Scherrer-camera moeten worden gesloten, zullen de lezer wellicht niet zeer hoopvol hebben gestemd wat betreft de prestaties die hij van zulk een camera mag verwachten. Gelukkig beschikt men over allerlei hulpmiddelen die de vereiste compromissen in gunstige zin beïnvloeden en die bij de Philips-camera's met opmerkelijk succes in toepassing zijn

[3]) Deze schijnbaar bizarre waarden voor de diameter hebben het voordeel dat de diffractiehoeken 2Θ in een eenvoudige numerieke verhouding staan tot de op de film gemeten lijnafstanden in mm: 1° in 2Θ correspondeert met 1 mm bij de 114,59 mm-camera, met $^1/_2$ mm bij de 57,3 mm-camera.

[4]) We willen hier afzien van andere oorzaken, zoals een eventuele fluorescentie (röntgenstraling of licht), die de primaire bundel in het preparaat kan opwekken en die naar alle kanten is gericht, of de niet-monochromatische componenten („witte" straling) in de primaire bundel, die elk een afzonderlijk diffractiespectrum opleveren en door de superpositie van al deze spectra een continue achtergrond op de film doen ontstaan. Deze sluier-bijdragen (en daarmee indirect ook weer de bijdrage van de verstrooiing in de lucht) kunnen worden beperkt door speciale maatregelen voor het monochromatiseren van de primaire bundel, bijv. met behulp van een zg. kristal-monochromator, die ook bij de Philips-camera's kan worden toegepast. — De verstrooiing van de bundel aan diverse begrenzende openingen die hij passeert, komt hieronder nog ter sprake.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

gebracht. Zulk een, reeds lang bekend, hulpmiddel is bij voorbeeld het doen roteren (en eventueel ook in de asrichting heen en weer schuiven) van het preparaat tijdens de belichting (vgl. fig. 3). Hierdoor komen meer kristalletjes tijdelijk in een geschikte ligging om tot een bepaalde diffractielijn bij te dragen, zodat de lijnen minder korrelig worden. Andere hulpmiddelen, die eveneens reeds lang bekend zijn doch die in ons geval op een nieuwe manier zijn toegepast, houden verband met de geometrie van de röntgenstralenbundel en met de bestrijding van de verstrooiing in de lucht. Deze punten willen wij in de nu volgende paragrafen van dit artikel wat uitvoeriger behandelen.

Geometrie van het collimatorsysteem

De gewenste bundelvorming verkrijgt men met behulp van een collimatorsysteem, dat gewoonlijk uit twee diafragma-openingen bestaat (vgl. fig. 4). Bij het terugbrengen van de preparaatdikte tot, laten we zeggen, 0,5 of 0,3 mm, moest de breedte van de röntgenstralenbundel worden aangepast bij de preparaatdikte, door nauwere diafragma's te gebruiken. Dit was nodig omdat alle gedeelten van de primaire bundel die aan het preparaat voorbijschieten, niet tot de lijnintensiteit bijdragen maar wel tot de ongewenste verstrooiing in de lucht. Dit argument geldt echter alleen voor de bundelbreedte in de „aequator"-doorsnede van camera en preparaat, die door fig. 4 werd voorgesteld. De breedte van de bundel gemeten evenwijdig aan de preparaat-as behoeft de kleiner wordende preparaatdiameter niet, of althans niet op de voet, te volgen. Dit betekent dat de bundel niet noodzakelijk rotatiesymmetrisch moet worden gemaakt, maar dat men hem een langwerpige dwarsdoorsnede kan geven, door in plaats van een ronde opening een rechthoekige spleet als eerste collimatordiafragma te nemen; zie *fig. 5*. Het voor de hand liggende voordeel hiervan is dat een betrekkelijk lang gedeelte van het staafvormige preparaat wordt bestraald, hetgeen een hoge intensiteit van de diffractielijnen oplevert en tevens een meer gelijkmatige zwarting en juistere relatieve intensiteit van de lijnen, doordat een groter aantal kristallieten wordt getroffen [5]).

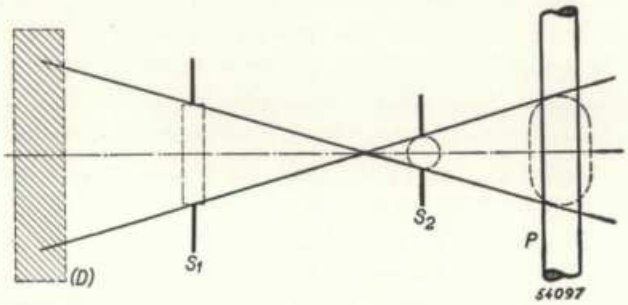

Fig. 5. Horizontale doorsnede van de primaire röntgenstralenbundel. Het eerste collimatordiafragma, S_1, is spleetvormig gemaakt; S_2 is het cirkelvormige tweede diafragma, P het preparaat, D het schijnbare focus. De röntgenbundel heeft ter plaatse van P een langwerpige doorsnede. (De dwarsdoorsneden van D en van de bundel bij S_1, S_2 en P zijn in het vlak van tekening gedraaid en gestippeld aangegeven.)

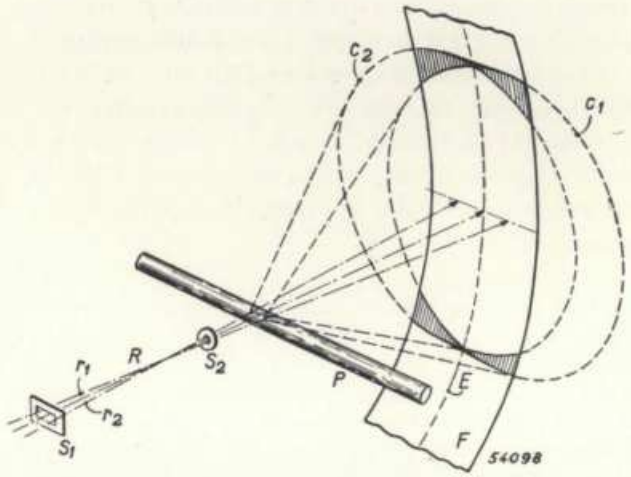

Fig. 6. Invloed van een spleetvormig diafragma op gedaante der buigingslijnen. Divergerende stralen van de primaire röntgenstralenbundel R veroorzaken verschillende kegels van afgebogen stralen, elke kegel met als as de oorspronkelijke straal. De buigingslijnen op de film ontstaan door superpositie van de excentrische ringen waarin de kegels de film doorsnijden. c_1 en c_2 zijn de ringen die respectievelijk door de stralen r_1 en r_2 op het (naar weerskanten uitgebreide) filmoppervlak worden teweeggebracht. E is de aequator van de film F.

Aan de spleetlengte wordt een grens gesteld door het feit dat bij een te grote divergentie van de röntgenstralenbundel in de richting evenwijdig aan het preparaat weer de lijnscherpte en de lijnvorm worden benadeeld. Dit lichten we toe aan de hand van *fig. 6*. Een ideale diffractielijn is de doorsnijding van de film met een stralenkegel, welks top in het preparaat ligt en welks as de primaire straalrichting is. Bij een divergerende primaire bundel ontstaat voor elke straal een afzonderlijke diffractiekegel. Een diffractie-„lijn" wordt dus gevormd door de superpositie van een continue serie kegels met verschillende assen. Hierdoor ontstaat een bezemvormige verbreding van elke lijn aan weerskanten van de aequator van de film, en bij een sterk divergerende primaire bundel ook een verbreding ter hoogte van de aequator zelf. Het verschijnsel is het meest merkbaar bij zeer kleine en zeer grote afbuighoeken, waar de lijnsegmenten volledige cirkels worden.

[5]) Over het gebruik van een spleet als eerste collimatordiafragma zie bijv.: F. Halla en H. Mark, Röntgenographische Untersuchung von Kristallen, J. A. Barth Leipzig 1937, p. 155. Om dit hulpmiddel met succes te kunnen toepassen is een uiterst nauwkeurige mechanische uitvoering vereist; met name geldt dit voor het justeren van de spleet ten opzichte van het focus en het preparaat. Voor dit doel zijn bij de vervaardiging van onze camera's speciale werkwijzen en gereedschappen ontwikkeld.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

Dit welbekende „spleet-effect" is bij de voor onze camera's gekozen diafragma-afmetingen nog niet hinderlijk. Het eerste, spleetvormige, diafragma is 0,5 mm breed bij een lengte van 2 mm; het tweede diafragma is rond en kan een diameter hebben van bijv. 0,5 mm. Het scheidend vermogen voor naburige lijnen blijkt bij 2 mm spleetlengte nauwelijks minder te zijn dan bij de gebruikelijke systemen met twee ronde diafragma's van 0,5 mm, en het is duidelijk beter dan bij een dergelijk systeem met twee diafragma's van 0,75 mm. Vergeleken met het eerste systeem wordt, indien de collimator geheel met straling is gevuld, een factor 3 in de intensiteit gewonnen.

Beide openingen kunnen 0,5 mm breed worden gemaakt omdat wordt aangenomen dat het preparaat in het algemeen niet dikker dan 0,5 mm zal zijn, en ook omdat deze waarde goed past bij de focusafmetingen der röntgenbuizen die Philips voor gebruik in zijn diffractie-apparaten levert. Over dit laatste punt mogen hier nog enkele opmerkingen worden gemaakt.

Het collimatorsysteem moet er voor zorgen, dat de breedte en divergentie van de bundel de grenzen niet overschrijden die door het gewenste scheidend vermogen worden gesteld. Anderzijds is het gewenst dat er een rationeel gebruik wordt gemaakt van de straling van de röntgenbuis. Dit nu zal niet het geval zijn indien de buitenste punten van de omvang van het preparaat niet het volledige geprojecteerde oppervlak van het focus kunnen „zien", dwz. indien stralen afkomstig van de uiteinden van het focus door diafragmaranden worden onderschept (vgl. fig. 4). We kunnen derhalve zeggen dat het focus en het collimatorsysteem goed bij elkaar zijn aangepast indien het eerste collimatordiafragma feitelijk zou kunnen worden weggelaten zonder dat de bundelvorm daardoor verandert [6]).

Bij de genoemde Philips-röntgenbuizen is het focus 9 mm breed. Gezien onder een hoek van 3° ten opzichte van het anodevoorvlak bedraagt dus de schijnbare (geprojecteerde) breedte van het focus 0,5 mm; dan wordt elk punt van de preparaat-dwarsdoorsnede, via de diafragma's van de bovenvermelde grootte, bereikt door stralen van alle punten van het focusoppervlak, dwz. de stralingsintensiteit wordt ten volle gebruikt. Daarentegen bedraagt bij een hoek van 6°, die voor diffractie-apparaten meer gebruikelijk is, de geprojecteerde breedte van het focus 0,9 mm, met het gevolg dat de uiteinden van het focus niet nuttig gebruikt worden.

Werkt men steeds met een hoek van 3°, dan heeft het eerste collimatordiafragma alleen de functie, de bundel te begrenzen in geval een röntgenbuis met groter focus dan dat der Philips-buizen wordt gebruikt.

Soortgelijke beschouwingen zijn van toepassing op de lengte van het eerste diafragma. Aangezien het focus der Philips-röntgenbuizen in deze richting slechts een afmeting (hoogte) van ongeveer 1,2 mm heeft, wordt de bundelbegrenzende werking van het eerste diafragma, dat 2 mm lang is, ook in deze richting alleen merkbaar wanneer andere buizen, met hogere foci, worden gebruikt. Bij de genoemde focushoogte van 1,2 mm is het eerste diafragma niet geheel door de bundel gevuld, de intensiteitswinst ten opzichte van twee ronde 0,5 mm diafragma's is daardoor kleiner dan boven aangegeven (winstfactor ruim 2).

[6]) Voor een opstelling waarbij inderdaad geen „eerste" collimatordiafragma wordt gebruikt, zie: A. Guinier, Radiocristallographie, Dunod Paris 1945, p. 80. Ook bij het Philips-diffractie-apparaat met Geiger-teller (vgl. noot [1])) is dit principe toegepast.

Strooistralenkokers

De funeste invloed van de verstrooiing in de lucht op het contrast der diffractie-diagrammen kan met wortel en tak worden uitgeroeid door de camera te evacuëren. Deze techniek wordt inderdaad in sommige gevallen toegepast, is echter voor een instrument voor routine-onderzoekingen niet geschikt. Een ander en veel eenvoudiger hulpmiddel bestaat hierin, de primaire bundel op zijn weg naar en van het preparaat te omsluiten door twee metalen kokertjes (vgl. fig. 2). De ingangskoker bevat tevens het collimatorsysteem. Doordat de luchtweg nu beperkt blijft tot de afstand tussen de uiteinden der beide kokers, wordt de filmsluier sterk gereduceerd.

Het onderbrengen van het collimatorsysteem in een koker binnen in de camera brengt bovendien, zoals bekend is, het belangrijke voordeel mee dat de afstand tussen het focus en het preparaat kleiner kan worden gemaakt, met als gevolg een aanzienlijke winst in intensiteit.

Om de verstrooiing in de lucht tot een minimum terug te brengen, zou men de beide kokers liefst onmiddellijk bij het preparaat laten aansluiten. Doch men moet natuurlijk rondom het preparaat voldoende ruimte laten voor het uittreden van de in het preparaat afgebogen straling. De diffractielijnen bij hoeken nabij 0° en 180° lopen de meeste kans om door de randen van de kokers te worden onderschept, en het was in eerder geconstrueerde camera's een veelvuldig voorkomende fout dat er op de film „schaduwplekken" bij deze diffractiehoeken optraden, d.i. dus rondom de gaten die in de film worden geponst op de plaatsen waar de primaire bundel de camera binnentreedt en deze verlaat. Een dergelijke schaduw is duidelijk te zien op het in *fig. 7b* weergegeven diffractie-diagram van een normaal soort zeep. Anderzijds vertoont fig. 7*a*, vooral nabij het uittreegat, de sterke sluiering die ontstaat als geen, of een te korte, uitgangskoker wordt gebruikt.

Een nadere beschouwing leert dat het mogelijk is, naar gelang van het beoogde doel, zeer bepaalde afmetingen voor de strooistralenkokers te berekenen waarmee een optimaal resultaat wordt verkregen. Deze berekeningen zijn voor onze camera's uitgevoerd en de thans gebruikte kokers zijn volgens de gevonden resultaten geconstrueerd. Ter vergelijking is in fig. 7*c* een diagram, van hetzelfde prepa-

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

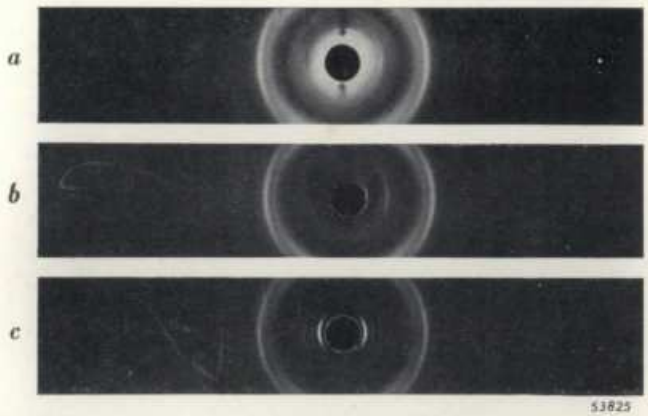

Fig. 7. Gedeelte van een diffractiediagram van zeep, bevattende het gebied van diffractiehoeken 2Θ van 0° tot ca 90°; opgenomen met koper Kα-straling en nikkelfilter.
a) Geen uitgangskoker gebruikt. Sterke sluiering en overstraling in het gebied van zeer kleine afbuighoeken, nabij 0°.
b) Uitgangskoker gebruikt van ondoelmatige constructie: de koker onderschept de diffractielijnen die in de nabijheid van het filmgat zouden vallen, er is hier een „schaduw".
c) Opname met de nieuwe 114,6 mm Philips-camera. Door optimale constructie van collimator- en uitgangskoker is de sluier tot een minimum gereduceerd, zonder dat een schaduw om de filmgaten ontstaat. Voorheen ontbrekende lijnen bij zeer kleine hoeken zijn fraai weergegeven.

raat als in fig. 7*a* en *b*, gereproduceerd dat met een van onze verbeterde camera's werd opgenomen. Er is generlei schaduwwerking rondom het filmgat te bespeuren; enige lijnen vlak bij het gat, die bij vroegere systemen, hetzij door de sluiering, hetzij door de schaduwwerking niet zichtbaar waren, zijn nu op fraaie wijze afgebeeld.

De gedachtengang voor de berekening der kokers is als volgt.

Berekening van de gunstigste vorm der strooistralenkokers

De uitgangskoker

We beschouwen eerst de uitgangskoker; zie *fig. 8*. De diameter van de camera, de diameter van het preparaat en de diameter van het filmgat kunnen als gegeven worden ondersteld. Verder zij ook de — voorlopig rotatiesymmetrisch onderstelde — primaire röntgenstralenbundel gegeven. Het ligt voor de hand, voor de koker de vorm van een afgeknotte holle kegel te nemen; de basis hiervan moet binnen het gat in de film vallen, terwijl de plaats en de wijdte van de monding nog moeten worden gekozen.

De monding van de uitgangskoker zal natuurlijk de gehele primaire bundel, welks begrenzing door lijn *I* in fig. 8 is aangegeven, moeten „inslikken". De binnenrand van de monding zal dus, van de as uit gerekend, buiten lijn *I* moeten vallen, of beter gezegd buiten lijn *I'*, die evenwijdig aan *I* is getrokken op een zodanige afstand *t*, dat er de nodige speling is, opdat de rand van de uitgangskoker niet door de bundel wordt geraakt (dit zou immers een sterke verstrooiing aan deze rand ten gevolge hebben en deze verstrooide straling zou de film onbelemmerd bereiken).

Anderzijds willen wij eisen dat de vermelde schaduwwerking van de uitgangskoker volledig uitgesloten wordt, dwz. dat de monding geen obstakel mag zijn voor afgebogen stralen uit het preparaat, tot zelfs de kleinste in aanmerking komende afbuighoeken toe. Dit betekent, dat van de rand *A* van het gat in de film het volledige preparaat onbelemmerd zichtbaar moet zijn. De buitenrand van de monding moet derhalve binnen de lijn *II* blijven, dus de binnenrand binnen lijn *II'*, die evenwijdig aan *II* is getrokken op een afstand *d* gelijk aan de wanddikte van de koker.

Aan de beide aldus geformuleerde voorwaarden kan alleen worden voldaan door de binnenrand van de monding van de uitgangskoker te leggen in het gearceerde gebied tussen de lijnen *I'* en *II'*. Teneinde nu de primaire bundel over een zo groot mogelijke lengte te omhullen, moeten we de genoemde rand naar het uiterste puntje van het gearceerde gebied schuiven, dwz. in het snijpunt *Z* van de lijnen *I'* en *II'*.

De collimatorkoker

De vormgeving van de collimatorkoker kunnen wij met behulp van soortgelijke redeneringen afleiden, alleen wordt de zaak hier ingewikkelder doordat nu ook het begrenzen van de primaire röntgenstralenbundel er bij betrokken is. We willen voorlopig bij de onderstelling blijven dat de bundel rotatiesymmetrisch is, dus dat men twee ronde collimatordiafragma's heeft; de diameters $2s_1$ en $2s_2$ dezer beide diafragma's (die niet even groot behoeven te zijn) zijn op grond van, ten dele hierboven uiteengezette, overwegingen van te voren

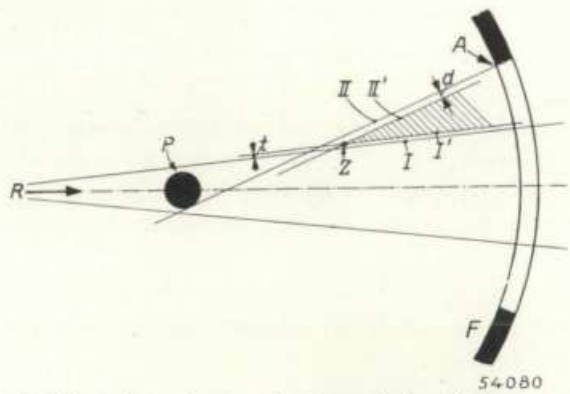

Fig. 8. Dimensionnering van de uitgangskoker. *R* divergerende primaire röntgenstralenbundel, *P* preparaat, *F* film, *A* rand van het uittreegat in de film. De binnenrand van de monding van de uitgangskoker moet voor de gunstigste constructie in punt *Z* worden gelegd.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

bepaald. Ook de plaats van het eerste diafragma kan op grond van bepaalde geometrische en physische overwegingen als vaststaand worden aangenomen; het is bij ons op een afstand $a = 20$ mm vóór het intreegat in de film geplaatst. Over de plaats van het tweede diafragma kan nog vrij worden beschikt (binnen zekere grenzen natuurlijk).

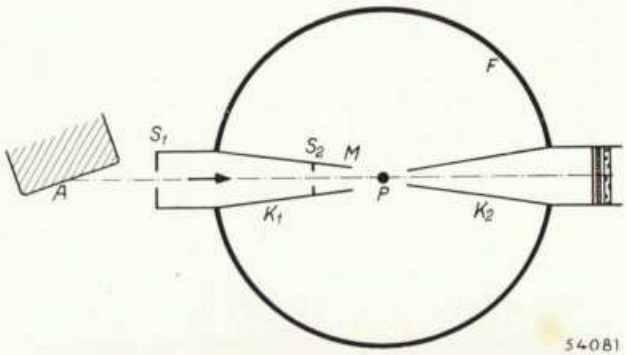

Fig. 9. Configuratie van collimator- en uitgangskoker K_1 respectievelijk K_2 (kwalitatief). Het tweede bundelbegrenzende diafragma, S_2, is binnen in de collimatorkoker geplaatst, zodat de hieraan verstrooide straling door de kokermonding M wordt afgehouden van de film F. P is het preparaat, A de anode. (Aan het einde van de uitgangskoker zijn schematisch de drie bij figuur 2 vermelde afsluitingen aangegeven.)

We kunnen er weer van uitgaan dat het binnen de camera gelegen deel van de collimatorkoker een afgeknotte holle kegel worden moet, waarvan de basis binnen het gat valt dat ter plaatse van de binnentredende bundel in de film is geponst. De wijdte en de plaats van de kokermonding willen we nu op de beste wijze kiezen.

Er dient eerst te worden opgemerkt, dat het niet gewenst is de kokermond zelf als tweede diafragma te laten fungeren. Immers de primaire röntgenstraling wordt aan de randen van de bundelbegrenzende diafragma's in sterke mate verstrooid. Staat het tweede diafragma aan het einde van de collimatorkoker, dan komt deze verstrooide straling ongehinderd op de film en het blijkt dat men de duivel (d.i. de verstrooiing in de lucht) met Beëlzebub heeft uitgedreven. Men moet daarom het tweede diafragma binnen in de collimatorkoker aanbrengen, zodanig dat de kokermond niet alleen de in de lucht maar ook de door het diafragma verstrooide straling van de film kan afhouden [7]). Zo komt men tot de in *fig. 9* kwalitatief geschetste configuratie.

Aan de hand van *fig. 10* kunnen we thans de voorwaarden afleiden waaraan de collimatorkoker moet voldoen.

De kokermond mag niets van de divergente primaire stralenbundel afsnijden, die door de diafragma's S_1 en S_2 gevormd wordt. Deed hij dat wel, dan zou hij immers toch zelf als tweede diafragma fungeren. Hieruit volgt de voorwaarde: 1) De binnenrand van de kokermond moet, van de as af gerekend, buiten de lijn I liggen, of beter gezegd, buiten de evenwijdig aan I getrokken lijn I', waardoor aan de bundel de nodige speling (t) wordt gegeven.

Vervolgens moet de kokermond alle verstrooide stralen tegenhouden, die, van de omtrek van S_2 uitgaande, buiten het filmgat aan de overkant (punt A) zouden vallen. Dit leidt tot: 2) De binnenrand van de kokermond moet binnen de lijn III vallen. Tezamen zeggen de voorwaarden (1) en (2), dat de binnenrand van de kokermond zich in het in fig. 10 aangegeven gearceerde gebied moet bevinden.

Ten slotte komt nu nog de eis dat de collimator geen schaduw in de buurt van hoeken van 180°, rondom het intreegat in de film, mag werpen, hetgeen betekent dat van de rand C van het filmgat het gehele preparaat onbelemmerd moet worden gezien. Hieruit volgt, dat de buitenrand van de kokermond binnen lijn IV moet vallen, of, als we weer een lijn IV' parallel aan IV trekken op een afstand gelijk aan de wanddikte: 3) De binnenrand van de kokermond moet binnen de lijn IV' liggen.

We zien dat al deze drie voorwaarden tezamen voor de rand van de kokermond nog de keuze laten tussen alle punten in het dik omlijnde driehoekige stukje van het gearceerde gebied. Teneinde de primaire bundel over een zo groot mogelijke lengte te omhullen zal men de rand van de kokermond in de meest rechts gelegen hoek (W') van het driehoekje moeten leggen.

Plaats en wijdte van de kokermond zijn dus bepaald zodra men over de plaats van het tweede diafragma S_2, die nog open gelaten was, heeft beschikt. Variëren we deze plaats, dan zien we dat het punt

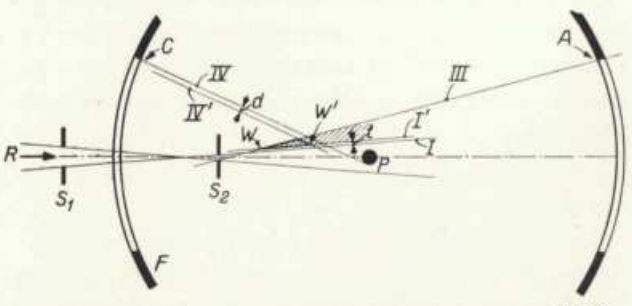

Fig. 10. Dimensionnering van de collimatorkoker. R röntgenstralenbundel, P preparaat, S_1 en S_2 diafragma's, F film, A en C randen van de in- en uittreegaten in de film. Bij voorlopig nog willekeurig gekozen plaats van S_2 moet de binnenrand van de monding van de collimatorkoker voor een optimaal resultaat in de hoek W' van de dik omlijnde driehoek worden gelegd.

[7]) Het niet voldoen aan deze voorwaarde is een veel voorkomende fout in camera-constructies. Duidelijk is hierop gewezen door M. J. Buerger, l.c. (1945) blz. 505.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

W', als snijpunt der lijnen I' en IV', dichter bij het preparaat komt naarmate lijn I (en I') vlakker verloopt, dwz. naarmate de divergentie van de bundel kleiner is. Het is dus gewenst het diafragma S_2 zo dicht mogelijk bij het preparaat te zetten. Men komt hier tot een grens doordat, zoals een nadere beschouwing leert, bij het verschuiven van S_2 in de genoemde richting ook de apex (W) van het gearceerde gebied in dezelfde richting verschuift. Men mag met het verschuiven van S_2 daarom slechts zolang doorgaan totdat het punt W op de lijn IV' valt, waarbij het dik omlijnde driehoekje tot dit enkele punt ineenschrompelt. De plaats van het tweede diafragma is dan ondubbelzinnig bepaald en aan deze situatie beantwoordt de grootst mogelijke lengte van de collimatorkoker.

Tevens is deze plaatsing van het tweede diafragma ook het gunstigste voor de uitgangskoker. In de redenering die wij hiervoor hielden aan de hand van fig. 8 en die leidde tot het leggen van de mond van deze koker in punt Z, was de door lijn I begrensde primaire bundel als gegeven ondersteld. Klaarblijkelijk komt nu ook het punt Z dichter bij het preparaat te liggen naarmate de lijn I vlakker verloopt. De toelaatbare lengte zowel van de collimator- als ook van de uitgangskoker wordt dus een maximum indien de plaats van S_2 volgens de bovenstaande overwegingen wordt gekozen [8]).

De gunstigste afmetingen van de strooistralenkokers kunnen op grond van de boven opgestelde criteria op elementaire, zij het dan niet zeer eenvoudige wijze worden berekend. We voeren een systeem van coördinaten ξ, η in, met de oorsprong O in het middelpunt van het intreegat in de film, zoals in *fig. 11* is te zien. Er zijn vijf onbekenden: u, de ξ-coördinaat die de plaats van het tweede collimatordiafragma S_2 aangeeft; v en w, de coördinaten van punt W, die de plaats en de halve wijdte van de mond van de collimatorkoker aangeven; x en y, de coördinaten van punt Z, die de plaats en de halve wijdte van de uitgangskoker aangeven.

Volgens elementaire beginselen van de analytische meetkunde kunnen we de vergelijking voor elk der rechte lijnen I'-IV' opschrijven in de vorm:

$$\frac{\eta-\eta_1}{\xi-\xi_1}=\frac{\eta-\eta_2}{\xi-\xi_2},$$

waar ξ_1, η_1 en ξ_2, η_2 de respectievelijke coördinaten van twee vaste punten zijn waardoor de lijn loopt. Daar punt W volgens het bovenstaande tegelijkertijd op de lijnen I', III en IV' moet liggen, krijgen we voor de drie onbekenden u, v, w de drie vergelijkingen:

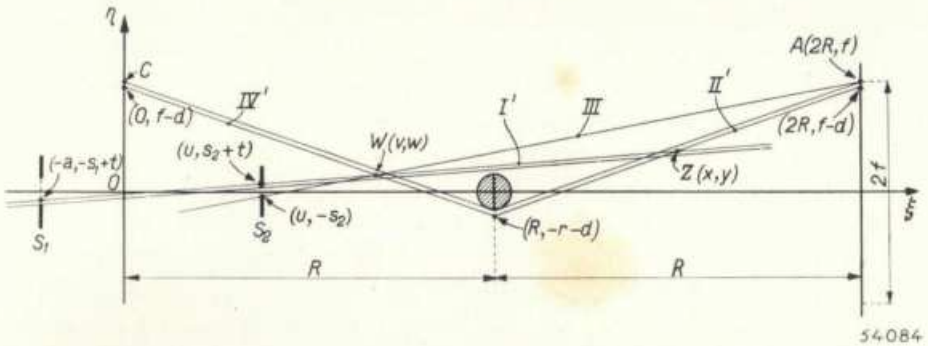

Fig. 11. De plaats van het tweede diafragma S_2, alsmede de ligging van de punten W en Z, die de optimale plaats en wijdte van de mondingen der beide kokers aangeven, worden in het ξ, η-coördinatensysteem gegeven door de coördinaten u, v, w, x, y. In de figuur zijn de coördinaten vermeld van alle punten die worden gebruikt bij het opstellen van de vergelijkingen voor de lijnen I', II', III en IV'.

$$I': \quad \frac{w+(s_1-t)}{v+a}=\frac{w-(s_2+t)}{v-u},$$

$$III: \quad \frac{w+s_2}{v-u}=\frac{w-f}{v-2R},$$

$$IV': \quad \frac{w+(r+d)}{v-R}=\frac{w-(f-d)}{v}.$$

Hierbij is R de straal van de camera, r de straal van het preparaat, d de wanddikte van de kokers, t de gewenste speling tussen de primaire bundel en de binnenrand van de kokermonding, f de straal van de in de film geponste gaten, s_2 de halve wijdte van het tweede collimatordiafragma; a en s_1 geven de plaats en de halve wijdte van het eerste collimatordiafragma aan [9]). Voor al deze grootheden kunnen bekende numerieke waarden worden gesubstitueerd.

Voor de onbekenden x, y krijgen wij, omdat punt Z op de lijnen I' en II' ligt, de vergelijkingen:

$$I': \quad \frac{y+(s_1-t)}{x+a}=\frac{y-(s_2+t)}{x-u},$$

[8]) Er zij op gewezen dat nog gezorgd moet worden dat straling die door de wand binnen de uitgangskoker wordt teruggestrooid, niet door de monding weer naar buiten en op de film kan komen. Door de holte van deze koker conisch te maken of trapsgewijs te laten toenemen, kan aan deze eis gemakkelijk worden voldaan.

[9]) Deze en de volgende vergelijkingen bevatten twee zeer voor de hand liggende vereenvoudigingen (vgl. fig. 11): de cirkelvormige doorsnede van het preparaat, waaraan de lijnen II en IV zouden moeten raken, is vervangen door een verticale diameter van de cirkel, en voor de rand der beide gaten in de gebogen film zijn de ξ-coördinaten gelijk aan nul resp. aan $2R$ gesteld. De werkelijke berekeningen toonden dat de laatstgenoemde vereenvoudiging, ook voor de kleine camera ($2R$ = 57,3 mm), waarbij de film het sterkst gekromd is, inderdaad toelaatbaar is.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

II': $$\frac{y+(r+d)}{x-R}=\frac{y-(f-d)}{x-2R}.$$

Elimineren van u en v uit de eerste drie van deze vergelijkingen levert een nogal omslachtige kwadratische vergelijking voor w. Heeft men w hieruit bepaald, dan kunnen v en u gemakkelijk berekend worden, en op analoge wijze vindt men x en y zodra u bekend is.

Verschillende soorten strooistralenkokers

In het bovenstaande werd de rigoureuze eis gesteld dat er niets van het diffractie-diagram verloren mocht gaan, dwz. dat van de randen der filmgaten het gehele preparaat te zien moest zijn. Nu doet zich in de practijk nooit het geval voor dat deze eis zowel voor het gedeelte van het diagram nabij 0° als voor het gedeelte nabij 180° wordt gesteld. De organische verbindingen, die vaak grote roostervlakkenafstanden bezitten en daardoor diffractielijnen met zeer kleine afbuighoeken veroorzaken, leveren in het algemeen geen „terugstrooiingslijnen" (nabij 180°). Omgekeerd vertonen anorganische verbindingen, die gewoonlijk duidelijke terugstrooiingslijnen geven, slechts zelden lijnen die met zeer grote roostervlakkenafstanden corresponderen.

Er kunnen daarom, wat het gewenste hoekgebied van het röntgendiffractie-diagram betreft, drie gevallen worden onderscheiden: het onderzoek van uitsluitend voorwaartse buiging, het onderzoek van uitsluitend de terugstrooiing, en de algemene onderzoekingen, waar men noch bij zeer grote noch bij zeer kleine hoeken het onderste uit de kan wil halen, doch prijs stelt op een zo goed mogelijke weergave van het gehele „normale" hoekgebied. Voor deze diverse toepassingen hebben wij een aantal verschillende soorten kokersystemen geconstrueerd. Wij vermelden er hier enkele van, waarbij de opgegeven getallen steeds op de 114,6 mm-camera slaan.

Het eerste kokersysteem (type no. 77) is bestemd voor het onderzoek van de voorwaartse buiging. Op de uitgangskoker is de boven geformuleerde rigoureuze schaduw-voorwaarde toegepast, zodat van hoeken van 4,5° af (kleinere hoeken vallen in het filmgat) de volle lijnintensiteit verkregen wordt. Bij hoeken groter dan 90° behoeven in dit geval geen lijnen te worden geregistreerd, de bijbehorende collimatorkoker is daarom zo lang gemaakt, dat hij het preparaat bijkans raakt. De niet door de kokers omhulde weglengte van de primaire röntgenstralenbundel bedraagt hierdoor slechts 19,9 mm.

Een analoog kokersysteem (type no. 85) is gemaakt voor het terugstrooiingsgebied. Alleen de collimatorkoker voldoet hier aan de rigoureuze schaduw-voorwaarde, zodat lijnen tot 175,5° met volle intensiteit worden opgenomen. Dit systeem wordt vooral gebruikt voor de nauwkeurige bepaling van roosterconstanten. De niet omhulde bundellengte is 28,8 mm.

Voor het derde geval, de normale onderzoekingen zoals de identificatie van verbindingen en dergelijke, is de rigoureuze schaduw-voorwaarde voor beide kokers vervangen door een minder rigoureuze. Hierbij wordt geeist dat tot aan de rand van de filmgaten althans een gedeelte van de preparaatdoorsnede zichtbaar blijft. Dit betekent dat men genoegen neemt met een geleidelijke intensiteitsdaling der uiterste lijnen naar het gat toe (een soort „halfschaduw"). *Fig. 12* illustreert hoeveel langer de kokers bij deze minder rigoureuze voorwaarde mogen zijn dan bij de rigoureuze. Bij het derde kokersysteem (type no. 55) is dan ook de niet omsloten bundellengte teruggebracht tot 10,9 mm! De verstrooiing in de lucht is bij dit kokersysteem buitengewoon gering. De intensiteitsdaling der diffractielijnen naar de filmgaten toe wordt merkbaar bij hoeken kleiner dan 6° en groter dan 172,5°.

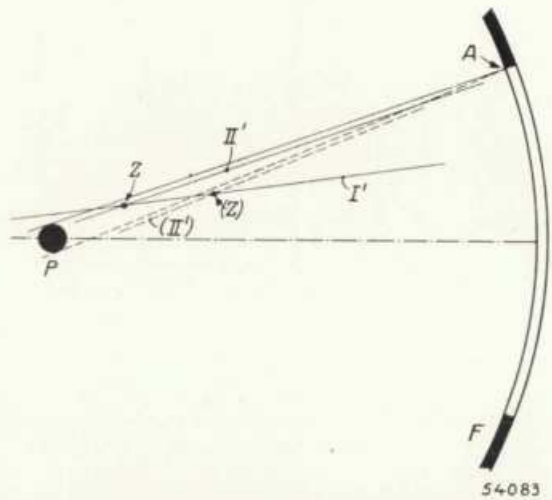

Fig. 12. De hierboven gestelde rigoureuze eis dat de mond van de uitgangskoker generlei schaduw van het preparaat buiten het filmgat (rand A) mocht werpen, kan voor de meeste practische gevallen worden vervangen door de minder rigoureuze voorwaarde, dat er geen „kernschaduw" buiten A valt, terwijl een tot A reikende „halfschaduw" wel toegelaten wordt. De vroegere, hier gestippeld getekende grenslijn (II') wordt dan vervangen door de getrokken lijn II'. Het snijpunt (Z) komt dichter bij het preparaat te liggen: Z. De uitgangskoker mag dus langer worden. Soortgelijke overwegingen zijn van toepassing op de collimatorkoker.

De berekening van de kokers die aan de minder rigoureuze schaduw-voorwaarde voldoen, geschiedt met dezelfde vijf vergelijkingen als hierboven, met alleen dit verschil dat $+r$ moet worden vervangen door $-r$. Men verifieert dit gemakkelijk aan de hand van fig. 12.

Bij de hierboven uitgestippelde berekening van collimator- en uitgangskoker was een röntgenstralenbundel met cirkel-

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

vormige doorsnede ondersteld. In werkelijkheid is de doorsnede echter langwerpig (fig. 5). Om deze langwerpige doorsnede te omvatten, zou een spleetvormige monding van de uitgangskoker het best geschikt zijn. Toch maken we de monding van de uitgangskoker (evenals van de collimatorkoker) om practische redenen in alle gevallen cirkelvormig. Dit betekent dat de monding in het aequatorvlak van de camera ongeveer driemaal zo breed is als nodig zou zijn om de gehele breedte van de primaire bundel te omvatten. Het gevolg is, dat zij, om geen schaduw in het aequatorvlak te veroorzaken, relatief iets verder van het preparaat moet staan, en dat de uitgangskoker dus niet de volle lengte krijgt die theoretisch mogelijk zou zijn. Het verschil wordt ongeveer gecompenseerd door de lengtewinst die men behaalt als men van de rigoureuze tot de minder rigoureuze schaduw-voorwaarde overstapt.

In *fig. 13* zijn een aantal met de nieuwe 114,6 mm-camera opgenomen diffractie-diagrammen gereproduceerd. Voor de diagrammen *a-e* werden de strooistralenkokers voor normaal werk gebruikt, voor *f* het type kokers voor alleen voorwaartse buiging. Het laatstgenoemde diagram vertoont generlei schaduw rondom het filmgat bij 0°; de brede, sterk gezwarte buigingsring in dit gebied beantwoordt aan een roostervlakkenafstand van ongeveer 15 Å; het diagram heeft echter een uitgebreide schaduw in het 180°-gebied. (Ook het diagram fig. 7*c* werd met dit kokertype opgenomen.) Bij de andere diagrammen (*a-e*) is de zeer kleine halfschaduw rondom de beide gaten te zien. Alle diagrammen bezitten een opmerkelijk geringe achtergrondzwarting en zeer scherpe en gelijkmatig gezwarte lijnen. De belichtingstijden voor deze diagrammen, die opgenomen zijn met koperstraling bij 45 kV_{max}, 25 mA, bedroegen niet meer dan

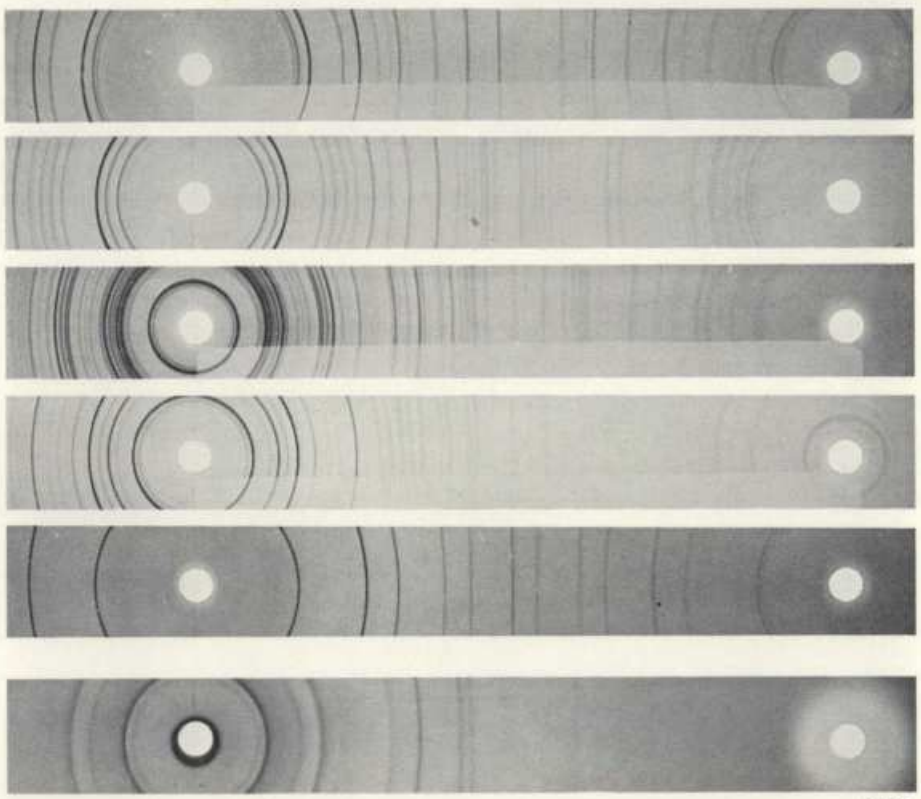

Fig. 13. Zes diffractie-diagrammen die het prestatievermogen der nieuwe 114,6 mm Philipscamera demonstreren. Alle zes opgenomen met koperstraling bij 45 kV_{max}, 25 mA, met belichtingstijden van 1 à 2 uren. Bij *a-e* werd het kokersysteem voor normaal werk gebruikt, waarbij kleine halfschaduwvlekken rondom de filmgaten optreden, bij *f* het kokersyteem voor alleen voorwaartse buigingshoeken, waarbij een uitgebreide schaduw rondom het 180°-filmgat maar generlei schaduw om het 0°-gat ontstaat. Bij de films *e* en *f* was een filter van 0,015 mm nikkel voor het venster van de röntgenbuis geplaatst, ter verwijdering van de ongewenste Kβ-straling van het koper, zodat alleen het Kα-diffractie-diagram is geregistreerd. Bij *a*, *c* en *d* bedekte een soortgelijk filterfolie het onderste gedeelte van de film, zodat het grootste gedeelte van de film met ongefilterde straling opgenomen is; deze techniek heeft het voordeel van kortere belichtingstijden terwijl tevens de ongewenste Kβ-lijnen gemakkelijk kunnen worden geïdentificeerd. Film *b* werd zonder enig filter opgenomen. Het diagram van fluoriet (*e*) werd opgenomen met zwart papier over de gehele film, ten einde te vermijden dat de film zou worden gezwart door de zichtbare fluorescentiestraling die de röntgenstralen in deze verbinding opwekken (vgl. noot [4]). In sommige van de diagrammen zijn zwakke brede buigingsringen nabij het 0°-filmgat te onderscheiden; deze worden veroorzaakt door een geringe ontglazing van de capillair van Lindemannglas waarin het poederpreparaat is ondergebracht.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

1 à 2 uren, terwijl van het kwartspreparaat (*b*) zelfs met veel kortere belichting (10 à 15 minuten) reeds een goed diagram kon worden verkregen.

Tot slot vermelden wij nog, dat voor onderzoekingen die op afwijkingen in de lijnvorm steunen, zoals bijv. de bepaling van de korrelgrootte in een preparaat uit een lijnverbreding, of het onderzoek van voorkeurorientaties der kristallieten uit een ongelijkmatige zwartingsverdeling, een collimator gewenst is waarmee het preparaat slechts over een lengte ongeveer gelijk aan de diameter van het preparaat wordt bestraald. Voor dit doel staan collimatorsystemen van het meer gebruikelijke type met twee ronde diafragma's ter beschikking; met bijv. een eerste diafragma van 0,2 mm en een tweede van 0,4 mm diameter heeft de bundel (in de 114,6 mm-camera) ter plaatse van het preparaat een doorsnede van 0,48 mm. Natuurlijk is de intensiteit in dit geval gering; zij is aan de lijnvorm opgeofferd.

Bij de fabricage der collimator- en uitgangskokers worden zeer hoge eisen gesteld aan de nauwkeurigheid van de bewerking. Als voorbeeld vermelden wij dat de binnendiameter van de mond van de collimatorkoker niet meer dan minus 0 en plus 5 micron van de berekende waarde mag afwijken. Een dergelijke nauwkeurigheid is ook vereist voor de houders van de kokers, die de exacte justering der kokers ten opzichte van het centrum der camera moeten waarborgen. Het voldoen aan de hiervoor gestelde eisen werd nog bemoeilijkt doordat het tevens gewenst was dat de kokers van verschillend type gemakkelijk kunnen worden verwisseld. Een bevredigende oplossing werd gevonden door elke koker van een nauwkeurig afgedraaid buitenoppervlak te voorzien dat glad in een houder in de camerawand past, terwijl de uiteindelijke exacte stand bij het inzetten wordt vastgelegd doordat aan de koker en aan de houder eindvlakken zijn geslepen die loodrecht op de bundelas staan en die uiterst nauwkeurig op elkaar passen.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

KERAMISCHE BEREIDINGSWIJZEN EN PRODUCTEN

door R. A. IJDENS.

666.3:621.315.612

Voor het vervaardigen van gebruiksartikelen en kunstvoorwerpen vindt de keramische bereidingswijze reeds vele eeuwen toepassing. Sinds het einde van de vorige eeuw wordt zij ten behoeve van de electrotechniek ook toegepast voor de fabricage van isolatoren en van diëlectrica voor condensatoren. De eisen die in de hoogfrequentietechniek aan de materialen gesteld worden, wat de diëlectrische constante, de diëlectrische verliezen, de uitzettingscoëfficienten en de mechanische eigenschappen betreft, hebben geleid tot een snelle ontwikkeling van deze tak der keramiek, waarin de laboratoria der Philips-fabrieken te Eindhoven een werkzaam aandeel hebben genomen. In dit artikel wordt een beknopt overzicht gegeven van de keramische bereidingswijzen zoals die in een fabriek toegepast worden. Daarna worden verschillende keramische massa's besproken die te Eindhoven in fabricage zijn, en de doeleinden waarvoor zij gebruikt worden. Aan de hand van een fasediagram van het systeem MgO-Al_2O_3-SiO_2 wordt aangetoond, hoe de eigenschappen van het eindproduct samenhangen met de samenstelling der keramische massa's.

De ontwikkeling der keramiek

De keramische techniek, een methode van vormgeving voor voorwerpen uit anorganische materialen, is zeer oud. Vele eeuwen voor het begin van onze jaartelling werd zij al toegepast in de cultuurlanden van die tijd. Het woord „keramisch" is van Griekse oorsprong. In Hellas noemde men een pottenbakker „kerameus" en het woord „keramos" werd gebezigd voor de plastische grondstof die hij in zijn bedrijf gebruikte.

Het kenmerkende van deze techniek is, dat de te gebruiken grondstoffen eerst met een vloeistof (meestal water) tot een kneedbare massa worden vermengd, dat vervolgens daaruit voorwerpen van de gewenste vorm worden vervaardigd en dat deze ten slotte aan een hoge temperatuur worden blootgesteld, waardoor het materiaal tot een harde massa samenbakt.

In de loop der tijden zijn de werkmethoden principieel niet veranderd, wel werden zij verfijnd en vervolmaakt en, bij de opkomst der grote industrieën, aangepast aan massaproductie.

Het vinden en gebruiken van de meest geschikte grondstoffen is in de keramiek altijd heel belangrijk geweest. Het is dikwijls moeilijk de juiste materialen te vinden, omdat een chemische analyse of een röntgenbeeld nog niets zegt over de bruikbaarheid. De grondstoffen waren steeds van minerale aard, en bepaalde kleisoorten waren daaronder de belangrijkste, vooral omdat deze aan de keramische massa een goede kneedbaarheid verlenen.

Toen aan het einde van de vorige eeuw de electriciteit in de maatschappij een grote rol ging spelen, bleek al spoedig, dat hierdoor voor keramisch materiaal een nieuw toepassingsgebied werd ontsloten. Voor vele toepassingen had men isolatoren nodig en het van ouds bekende porselein bleek een uitstekend isolatiemateriaal te zijn. Spoedig werden allerlei electrotechnische artikelen vervaardigd van porselein, soms ook van steatiet, waarvoor aanvankelijk de min of meer klassieke recepten konden worden gebruikt.

Grote veranderingen bracht echter de opkomst van de hoogfrequentietechniek. De tot dusver gefabriceerde porselein- en steatietsoorten waren hiervoor niet meer bruikbaar, zodat nieuwe soorten moesten worden ontwikkeld. Het was dikwijls ook nodig andere grondstoffen in te voeren, want de electrotechnici wilden de beschikking hebben over keramische materialen met zeer uiteenlopende eigenschappen.

Keramische materialen voor de hoogfrequentietechniek

Dat de vroeger algemeen gebruikte porselein- en steatietsoorten in de hoogfrequentietechniek niet bruikbaar waren, moet worden toegeschreven aan de hoge diëlectrische verliezen die zij, daar toegepast, opleveren. Iedere isolator die zich bevindt in een electrisch wisselveld, zal, zoals bekend is, een deel van de electrische energie omzetten in warmte. De aldus ontwikkelde warmte per seconde wordt — zolang zij slechts een klein gedeelte van de totale energie van het veld representeert — met voldoende benadering voorgesteld door de betrekking:

$$W = V^2 \,.\, 2\pi f \,.\, C \,.\, \mathrm{tg}\delta, \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (1)$$

waarin V = de hoogfrequente wisselspanning (effectieve waarde),
f = de frequentie,
C = de capaciteit,
δ = de verlieshoek van het materiaal.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

De grootte van de capaciteit is afhankelijk van twee factoren: de diëlectrische constante ε en een vormconstante K, die bepaald is door de gedaante van de isolator. We kunnen formule (1) daarom ook schrijven:

$$W = (V^2 . 2\pi f . K) . \varepsilon \operatorname{tg}\delta . \quad . \quad . \quad . \quad (2)$$

Voor een gegeven apparaat of een bepaalde technische toepassing zijn V, f en meestal ook K gewoonlijk vooraf vastgesteld. ε en tgδ zijn dan de enige factoren die men kan beïnvloeden om de keramische stof te laten voldoen aan gestelde eisen wat de diëlectrische verliezen betreft.

Zowel ε als tgδ hangen, in principe, nog af van de frequentie. In het gebied der radiofrequenties kan ε echter voor alle practische doeleinden als onafhankelijk van de frequentie beschouwd worden, terwijl tgδ voor de meeste stoffen in ditzelfde gebied ook niet sterk met de frequentie verandert. Dit betekent, volgens formule (2), dat voor de meeste stoffen de diëlectrische verliezen, globaal, evenredig met de frequentie zullen toenemen. Stelt men nu de eis, dat in een apparaat of een schakeling waarin een keramische stof moet worden toegepast, de diëlectrische verliezen bij hoge frequenties beperkt zullen blijven, dan is het noodzakelijk, dat het product ε tgδ (de „verliesfactor") zo klein mogelijk is. Bij het gebruik van keramisch materiaal voor de constructie van isolatoren (bijv. ondersteuningen van hoogfrequente leidingen) zal men er dan ook naar streven zowel ε als δ zo klein mogelijk te maken.

Bij de vervaardiging van condensatoren is het echter in de regel gewenst de waarde van ε hoog op te voeren om de afmetingen van de condensator zo veel mogelijk te beperken. Daarbij is het van bijzonder groot belang, dat tgδ zo klein mogelijk is. Als diëlectricum komt dan in de eerste plaats in aanmerking titaandioxyde, dat in zuivere toestand een diëlectrische constante $\varepsilon = 115$ heeft. Bij vele toepassingen is het evenwel een bezwaar, dat de ε van dit materiaal een grote negatieve temperatuurcoëfficient heeft, nl. $-8 \cdot 10^{-4}$ per °C. Daardoor kan immers enige tijd na het inschakelen van de stroom de afstemming van een trillingsketen verstoord worden. Indien dit als een nadeel wordt ondervonden, moet men overgaan op een ander diëlectricum, met een zeer kleine temperatuurcoëfficient van de diëlectrische constante, en desnoods genoegen nemen met een kleinere ε. Hiervoor kunnen Mg_2TiO_4 en andere mengsels van oxyden gebruikt worden.

Als men condensatoren van kleine afmetingen met nog veel hogere capaciteiten dan de zoëven genoemde moet fabriceren, kan men gebruik maken van bepaalde titanaten ($BaTiO_3$, $SrTiO_3$). Er zijn bijv. in de Philips-laboratoria een tweetal mengsels van titanaten ontwikkeld waarvoor ε resp. 1200 en 2500 is. De temperatuurcoëfficienten van de diëlectrische constanten van deze stoffen zijn voor verschillende temperatuurintervallen zeer verschillend. Bij het gebruik van deze stoffen moet men de grotere waarden van hun verliesfactor op de koop toe nemen.

De keuze van keramische stoffen als constructiemateriaal wordt ook dikwijls daardoor bepaald, dat zowel hun vorm als hun chemische samenstelling in hoge mate stabiel is. In het eerste geval moet bijzondere aandacht worden besteed aan de uitzettingscoëfficient van de gebruikte stoffen. Het is immers mogelijk, dat de afstemming van trillingskringen verloopt als gevolg van kleine uitzettingen of inkrimpingen van bepaalde onderdelen, veroorzaakt door temperatuurwisselingen. Om dit te voorkomen is men dan aangewezen op stoffen met een kleine uitzettingscoëfficient. Dit kan zo belangrijk zijn, dat de lage verliesfactor er aan wordt opgeofferd. In het vervolg van dit artikel zal blijken, dat men met bepaalde samenstellingen van de drie componenten MgO, Al_2O_3 en SiO_2 een massa met een lage uitzettingscoëfficient kan verwezenlijken. Voor de uitzettingscoëfficient van enige veel gebruikte keramische materialen zie men *tabel I*.

Tabel I. De thermische uitzettingscoëfficient van enige veel gebruikte keramische materialen.

Cordiërietmassa's	1- 2 $\times 10^{-6}$ per °C
Porselein	3- 4
Steatiet-porselein	6- 7
Speksteen	8- 9
MgO-massa's	10-12

Als constructiemateriaal vinden de keramische stoffen een bijzonder toepassingsgebied bij de vervaardiging van electronenbuizen. Zij worden in deze buizen gebruikt voor ondersteuningen en isolerende elementen. *Fig. 1* biedt daar een voorbeeld van. Voor condensatoren en isolatiemateriaal in de vrije lucht wil men steeds de beschikking hebben over dichtgesinterd materiaal; maar voor gebruik in vacuum zijn stoffen met een fijne poreuze structuur ook goed bruikbaar. Van de plaats die het isolerend element in de buis inneemt, hangt het af hoe laag de diëlectrische verliezen behoren te zijn. Gunstig is dan, dat de poreuze structuur de diëlectrische constante schijnbaar verlaagt ten opzichte van die van dichte stoffen van dezelfde chemische samenstelling.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

Aanvankelijk werden de keramische electrotechnische artikelen vervaardigd door de industrie die ook gebruiks- en kunstvoorwerpen leverde. Toen door de uitbreiding van de hoogfrequentietechniek talrijke materialen van zeer verschillende aard nodig waren, werd de ontwikkeling soms overgenomen en voortgezet door de electrotechnische industrie. Ook in Nederland was dit het geval.

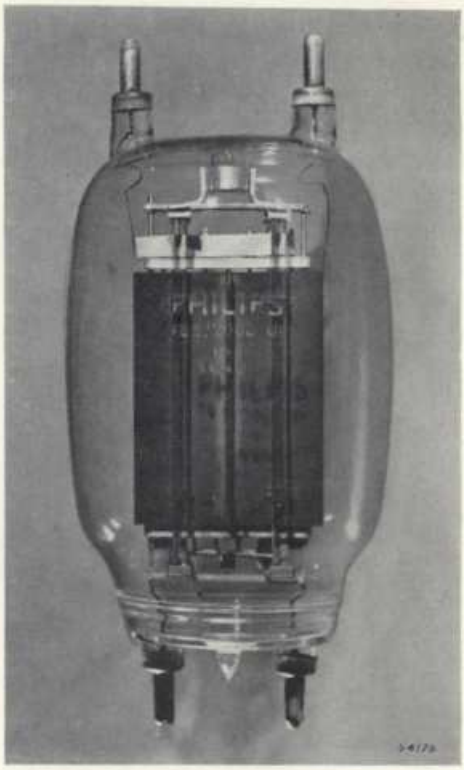

Fig. 1. Een zendbuis (type TB 3/2000), waarbij keramisch materiaal gebruikt is voor ondersteuningen: het electrodensysteem is bevestigd tussen ringen van dit materiaal.

In de laatste tien jaren werden in de Philips-laboratoria verschillende keramische materialen tot ontwikkeling gebracht. Kort voor de laatste wereldoorlog werd te Eindhoven met de fabricage hiervan begonnen [1]).

Wij zullen eerst een beknopt overzicht geven van de keramische bereidingswijzen en daarna een aantal keramische producten behandelen die dienen voor isolatiedoeleinden en in het bijzonder voor toepassingen in de hoogfrequentietechniek. Het zal daarbij blijken, dat de eigenschappen van het eindproduct in sterke mate afhankelijk zijn van de gebruikte grondstoffen.

De bespreking van titaandioxyde en soortgelijke materialen als diëlectricum voor condensatoren en die van de toepassingen der titanaten wordt gereserveerd voor een tweetal vervolgartikelen.

Bereidingswijze van keramische producten

Bij het tot stand komen van keramische producten kan men in het algemeen vijf fasen onderscheiden:

1) de bereiding van de keramische massa,
2) de vormgeving,
3) het drogen,
4) het stoken,
5) de nabewerking.

De bereiding van de keramische massa

Men kan de uitgangsmaterialen in twee groepen verdelen:

De eerste groep omvat de niet-plastische stoffen, die in iedere keramische massa bijna altijd in belangrijke mate aanwezig zijn en die hoofdzakelijk de eigenschappen van het eindproduct bepalen. Hiervan zijn de voornaamste vertegenwoordigers: kwarts, veldspaat, speksteen, magnesiet, aluminiumoxyde, titaanoxyde.

De tweede groep is die der plastiseringsmiddelen. Hierbij kan men nog tussen anorganische en organische onderscheid maken. Tot de eerste categorie behoren bijv. kaolien, klei en bentoniet, waaruit — bij toevoeging van water — een plastische massa ontstaat. Na het „stoken" blijven deze stoffen, zij het dan ook vaak in andere verbindingen omgezet, in de massa aanwezig en zij oefenen daardoor invloed uit op het eindproduct, wat in bepaalde gevallen juist gewenst is.

De organische plastiseringsmiddelen die toegepast worden, noemt men meestal binders. Het zijn stoffen als electrocol (een zetmeelproduct), nitrocellulose, traganth en dergelijke, die in kleine hoeveelheden worden toegevoegd. Nadat deze hun rol bij de vormgeving van de massa hebben vervuld, verbranden zij bij de daarop volgende verhitting practisch volledig. Op deze wijze verkrijgt men dus keramische massa's welker eigenschappen uitsluitend door de gebruikte niet-plastische materialen worden bepaald. In vele gevallen is het nodig van deze binders gebruik te maken, omdat anorganische plastiseringsmiddelen, zoals bijv. klei, aan het eindproduct eigenschappen zouden verlenen die ontoelaatbaar zijn in verband met de eisen die daaraan gesteld worden.

[1]) In dit artikel zullen we ons in hoofdzaak beperken tot een bespreking van keramische isolatiematerialen en diëlectrica. Daarnaast zijn in het Natuurkundig Laboratorium te Eindhoven nog twee andere groepen van stoffen in het onderzoek betrokken en ontwikkeld, nl. keramische weerstandsmaterialen (halfgeleiders) en keramische ferromagnetische stoffen voor spoelkernen („Ferroxcube"). Over deze stoffen, die een uitgebreide toepassing gevonden hebben, is reeds eerder in dit tijdschrift geschreven, zie E. J. W. Verwey, P. W. Haayman en F. C. Romeyn, Halfgeleiders met een grote negatieve temperatuurcoëfficient van de weerstand, Philips techn. T. **9**, 239-248, 1947 (No. 8); J. L. Snoek, Niet-metallisch magnetisch materiaal voor hoge frequenties, Philips techn. T. **8**, 353-360, 1946.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

De grondstoffen van minerale oorsprong worden gewoonlijk eerst verkleind in breekwalsen, steenbrekers en kollergangen. Daarna worden zij in een kogelmolen fijn gemalen. Soms worden zij ook — vooral geldt dit voor kaolien en klei — aan een slibproces onderworpen, waarbij zij eerst een suspensie vormen en later bezinken.

Nadat er bij deze voorbewerkingen een brei is ontstaan, wordt deze van de mengkuip via een electromagneet, die eventueel aanwezige ijzerdeeltjes eruit haalt, in een filterpers gepompt, die er het overtollige water met een druk van 6 tot 8 atm door filterdoeken uit wegperst. De massa blijft dan tussen deze doeken achter in de vorm van vaste koeken, 2 à 3 cm dik. Zodra deze voldoende gedroogd zijn, worden ze vermalen tot poeder of tot korrels, naar gelang van het gebruik, dat er verder van gemaakt zal worden.

Indien men geen klei of kaolien als plastiseringsmiddelen heeft toegevoegd, wordt het poeder met een der reeds genoemde organische bindmiddelen aangemaakt tot een plastische massa.

De op een van deze beide wijzen verkregen plastische massa wordt in een ontluchtingspers

Fig. 2. Een ontluchtingspers in werking.

gebracht (*fig. 2*), omdat het nodig is de lucht die er bij de opeenvolgende bewerkingen in gekomen is, er aan te onttrekken. Deed men dit niet, dan zou deze lucht in het eindproduct poriën of holten en eventueel kanalen doen ontstaan. Na deze ingewikkelde en tijdrovende procedure, die er op gericht is een grote homogeniteit in het materiaal te bereiken, kan men tot de vormgeving overgaan.

De vormgeving

Bij de vormgeving worden drie verschillende principes toegepast.

In de eerste plaats kan men uitgaan van poeder, dat als zodanig, of gemengd met hetzij een zeker percentage vaste paraffine, hetzij een geringe hoeveelheid vloeistof (water, olie of petroleum), verwerkt wordt in persen. De meeste keramische kleine voorwerpen die men in de hoogfrequentietechniek gebruikt, worden op deze wijze vervaardigd met behulp van matrijzen op automatische of halfautomatische persen.

Wordt aan het poeder geen vloeistof toegevoegd, dan spreekt men van droog persen. Indien het poeder met een der genoemde vloeistoffen wordt aangemengd, dan wordt er zo weinig hiervan aan toegevoegd, dat een vochtig aanvoelende rulle substantie ontstaat, die er nog droog uitziet. Toch is daarbij de plasticiteit verhoogd en dientengevolge kan men bij dit zg. half nat persen meer ingewikkelde vormen vervaardigen. Men zal daarom vormstukken met boringen in horizontale richting en werkstukken met dunne opstaande wanden bij voorkeur half nat persen.

In de tweede plaats kan men het poeder met zoveel vloeistof aanmengen, dat een plastische massa ontstaat, waaraan door spuiten of door draaien een bepaalde vorm wordt gegeven.

Indien men een buis moet spuiten, wordt een rol materiaal, die ontlucht is, in een perscylinder gebracht, waaronder een spuitmondstuk met een pen hangt. *Fig. 3* geeft daar een voorbeeld van. Het mondstuk en de pen bepalen de uit- en inwendige diameter van de buis welke vervaardigd wordt.

Bij het draaien doet gewoonlijk een mechanisch of electrisch bewogen schijf dienst. Men kan hierop de nog plastische voorwerpen uit de vrije hand draaien zoals een pottenbakker dit pleegt te doen, of men kan gebruik maken van mallen van gips. Deze draaimethode vindt toepassing bij de vervaardiging van vele electrotechnische artikelen, zoals hoogspannings- en laagspanningsisolatoren.

Bij de derde methode van vormgeving verwerkt men poeder, gesuspendeerd in zoveel vloeistof dat een gemakkelijk vloeibare massa ontstaat. Bij het gieten van de keramische voorwerpen wordt deze dunne pap in vormen van gips gebracht. Door zijn grote porositeit zuigt de wand van gips het water op, zodat aan de binnenzijde van de vorm een vaste laag wordt afgezet. Wanneer deze laag de juiste dikte heeft verkregen, wordt de overmaat van de gietbrei verwijderd. Bij het daarop volgende drogen krimpt het keramische voorwerp zozeer, dat het los komt van de vorm en daaruit kan worden

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

Fig. 3. Het spuiten van een keramische buis. Een rol materiaal, die ontlucht is, wordt in een perscylinder gebracht, waaronder een spuitmondstuk met een pen hangt. De uitwendige en inwendige diameter van de buis zijn in grootte bepaald door de afmetingen van het mondstuk en de pen.

verwijderd. De gietvorm van gips kan, nadat hij voldoende gedroogd is, opnieuw worden gebruikt.

Ten slotte vermelden we nog, dat droog geperste of „biscuit" (halfhard gebakken) voorwerpen op een draaibank verder kunnen worden bewerkt.

Het stoken

Als de keramische voorwerpen volgens een der besproken methoden hun uiteindelijke vorm hebben verkregen, worden zij gedroogd en dan „gestookt" of gebakken, d.i. in een oven verhit tot een zodanige temperatuur, dat sintering optreedt. Onder het sinteren van een stof verstaat men haar overgang bij een hoge temperatuur van een poeder in een samenhangende (eventueel poreuze) massa. Dit wordt bereikt door de stof te verhitten tot een temperatuur welke niet ver beneden het smeltpunt ligt. (Indien T_s het smeltpunt in °K voorstelt, moet men de stof verhitten tot een temperatuur tussen $^2/_3\ T_s$ en T_s.) Bij deze verhoogde temperatuur zal de diffusie tussen de afzonderlijke deeltjes versneld worden, en eventueel zullen ook chemische reacties vlugger verlopen. Soms heeft hierbij een overgang plaats van kristallen in andere modificaties, in andere gevallen treedt kristalgroei op of worden nieuwe verbindingen gevormd.

Bij het vervaardigen van de keramische massa's waarmede we ons verder in dit artikel zullen bezig houden, is het belangrijk met het stoken zover te gaan dat bij het materiaal een begin van smelting optreedt. Men bereikt daarmede, dat de kristallen na het afkoelen in een glasfase ingelaten liggen.

De keramische voorwerpen worden in de oven in „kapsels" (*fig. 4*) geplaatst om te verhinderen, dat vuil van de verbrandingsgassen er zich op afzet. Nadat de oven geheel met kapsels gevuld is, wordt de toegang met een stenen muurtje afgesloten. *Fig. 5* toont een gevulde oven na het stoken. De oven moet (al naar de inhoud is) enige dagen gestookt worden, voordat hij op temperatuur is.

Twee soorten ovens zijn in gebruik: kamer- en tunnelovens. De eerste kunnen alleen periodiek gestookt worden; de tunnelovens hebben het voordeel, dat zij continu in bedrijf zijn, waardoor minder warmte verloren gaat. De voorwerpen die

Fig. 4. Een „kapsel" of cassette waarin men de keramische voorwerpen binnen de oven plaatst. Dit omhulsel verhindert, dat vuil van de verbrandingsgassen er zich op afzet.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

moeten worden gestookt, plaatst men dan op een wagen, die regelmatig door de oven wordt getrokken. Elk van deze wagens zal daardoor dezelfde temperatuurcyclus doorlopen. Beide soorten ovens worden gewoonlijk met lichtgas of met generatorgas gestookt.

De temperatuur wordt gecontroleerd met behulp van thermo-elementen of Seger-kegels. Deze kegels hebben een zodanige samenstelling, dat zij ombuigen en smelten, wanneer de temperatuur in de oven een bepaalde waarde heeft

Fig. 5. Een oven gevuld met materiaal, dat gestookt is. Voordat de verhitting begint, wordt de oven met een muurtje afgesloten. Dat deze foto na afloop van het stoken is genomen, blijkt uit het feit, dat de Seger-kegels gesmolten zijn.

bereikt. Ten opzichte van thermo-elementen hebben zij het voordeel, dat feitelijk $\int T dt$ (waarin T de temperatuur als functie van de tijd t voorstelt) gemeten wordt. Ze geven daardoor een nauwkeuriger beeld van de invloed die de hitte heeft gehad op de materialen.

Tijdens het stoken krimpen de keramische producten belangrijk in, soms wel dertig procent. Hoe groot deze krimp is, hangt af van de samenstelling van het materiaal en van de werkwijze die bij de vormgeving toegepast werd. Wat de afmetingen betreft zijn bij keramische voorwerpen dus zekere toleranties nodig.

De nabewerking

Na het stoken en de daarbij aansluitende langzame afkoeling kan men de voorwerpen zo nodig nog enkele nabewerkingen doen ondergaan. In sommige gevallen moeten ze worden geslepen. Men kan dan „centerless" slijpen of rond of vlak slijpen. *Fig. 6* toont een „centerless"-slijp-

Fig. 6. Een „centerless"-slijpbank, die gebruikt wordt om staven en buizen de gewenste ronde vorm te geven.

bank, waarmede aan staven en buizen een ronde vorm wordt gegeven; in *fig. 7* is een machine afgebeeld, die plaatjes planparallel slijpt. Het nabewerken en „opboren" van gaten en dergelijke is alleen mogelijk met diamantboren. Vaak moeten keramische onderdelen gemetalliseerd worden, dwz. dat op een plaat van keramisch materiaal een dunne metalen huid (bijv. als bekleedsel voor een condensator) moet worden aangebracht. In andere gevallen is het nodig de producten te glazuren, omdat het mat-ruwe oppervlak dat de werkstukken aanvankelijk hebben, te gauw vuil wordt. Men brengt er dan een dunne laag glazuur over en verhit de voorwerpen daarna nogmaals gedurende enige tijd in een moffeloven.

Enige keramische massa's en producten

De keramische massa's die voornamelijk in de electrotechniek gebruikt worden en waarvan we een beknopt overzicht willen geven, behoren alle

Fig. 7. Een slijpmachine voor de nabewerking van keramische plaatjes. Tussen twee vlakke platen worden deze geslepen, totdat zij voldoende planparallel zijn.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

tot het ternaire stelsel MgO-Al_2O_3-SiO_2. In *fig. 8* is het fasediagram van dit systeem getekend [2]). De namen die bij de verschillende gebieden zijn geplaatst, geven aan, welke kristallen bij de met zulk een gebied overeenstemmende samenstelling van de stof uit een smelt bij afkoeling ontstaan. Daar bij de sintering een begin van smelting optreedt, kan men verwachten deze kristallen in de keramische massa te zullen aantreffen.

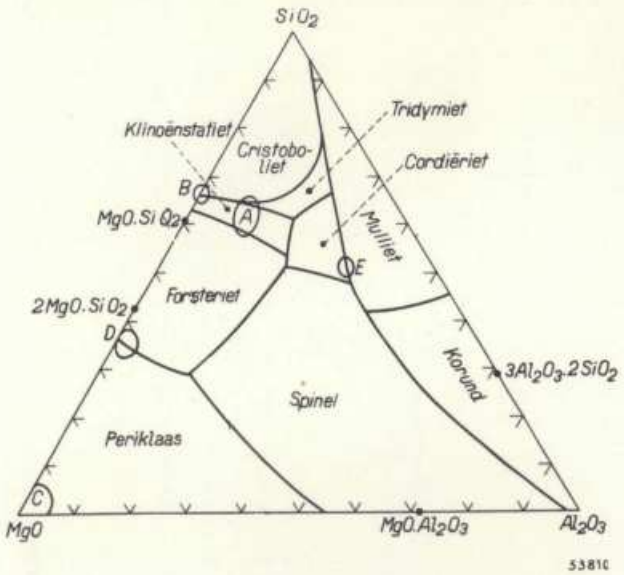

Fig. 8. Het fasediagram van het ternaire systeem MgO-Al_2O_3-SiO_2. De namen die bij de verschillende gebieden zijn geplaatst, geven aan, welke kristallen bij de met zulk een gebied, overeenkomende samenstelling van de stof uit een smelt bij afkoeling ontstaan. Met de letters *A*, *B*, *C*, *D* en *E* zijn de plaatsen aangegeven waar belangrijke mengsels liggen die toegepast worden bij het bereiden van keramische massa's en die in dit artikel besproken worden.

Belangrijke stoffen zijn die wier samenstelling overeenkomt met gebied *A* in fig. 8 [3]). Het zijn porseleinen, opgebouwd op speksteenbasis. Dit betekent, dat bij de bereiding wordt uitgegaan van speksteen ($3MgO.4SiO_2.1$ à $2H_2O$). Aan deze grondstof worden vervolgens om het sinteren te bevorderen zg. sintermiddelen toegevoegd. Als zodanig gebruikt men voornamelijk klei (aluminiumhydrosilicaat), maar ook bariumcarbonaat en kaliveldspaat ($K_2O.Al_2O_3.6SiO_2$, waarin K_2O gedeeltelijk door Na_2O vervangen kan zijn). Het resultaat is dan, dat men na het bakken een sterk, dicht (d.i. niet poreus) materiaal krijgt. Hierin kan men klinoënstatietkristallen ($MgO.SiO_2$) waarnemen en daarnaast een glasfase [4]).

[2]) Dit diagram is opgesteld door G. A. Rankin en H. E. Merwin, Amer. J. Sci **45**, 301-325, 1918, en verbeterd door J. W. Greig, ibidem **13**, 1-44, 1927.

[3]) Deze Philips-fabricaten worden aangeduid met het handelsmerk „Kersima".

[4]) De voorwaarden voor het ontstaan van zulk een glasfase zijn uitvoerig besproken in het artikel: J. M. Stevels, De glasachtige toestand, Philips techn. T. **8**, 231-237, 1946.

Een der voorwaarden voor het verkrijgen van een goede mechanische kwaliteit van het porselein is, dat de kristallijne fase zo groot mogelijk en van een fijne stuctuur is. Maar daarnaast moet ook op de glasfase gelet worden, want de samenstelling daarvan heeft een grote invloed op de bestendigheid van het eindproduct tegen temperatuurveranderingen.

De hoedanigheid van het oppervlak van het verkregen porselein, dat glad en zacht of ruw en steenachtig kan zijn, wordt in hoofdzaak bepaald door de grootte van de kristalkorrel van het gebakken product. De chemische samenstelling van het eindproduct is daarentegen beslissend voor de diëlectrische eigenschappen. Daarbij heeft MgO (en ook BaO, dat er soms aan toegevoegd wordt) een gunstige invloed, het werkt er toe mee om de diëlectrische verliezen te verkleinen; Al_2O_3 is neutraal, terwijl SiO_2 en alkaliën een ongunstige invloed hebben. De mechanische sterkte van het keramisch product ten slotte hangt voornamelijk af van de herkomst van de speksteen. Er bestaan speksteensoorten die weliswaar chemisch zuiver zijn, maar waarmede toch — ondanks de bijvoeging van toeslagstoffen en sintermiddelen — weinig te bereiken valt. Behalve de herkomst van de grondstof is ook de juiste stookcurve belangrijk. Te hoog stoken geeft te grote kristallen, wat leidt tot een materiaal met slechte mechanische eigenschappen. Bij te laag stoken blijft het gebakken product poreus.

De mechanische en diëlectrische eigenschappen welke men voor het eindproduct verlangt, bepalen niet uitsluitend de keuze van de samenstelling der massa. In de practijk is het ook belangrijk, of een op een bepaalde wijze samengestelde massa gemakkelijk te stoken is. Indien het sinterinterval, dat is het temperatuurverschil tussen het begin van het „dichtlopen" en het „doorsmelten", bij een uiteindelijke stooktemperatuur van bijv. 1370 °C twintig graden bedraagt in plaats van tien, dan is dit voor de fabricage een belangrijk voordeel.

De stoffen van gebied *A* hebben diëlectrische verliezen, die — naar gelang van de samenstelling — variëren van $tg\delta = 4 \cdot 10^{-4}$ tot $tg\delta = 25 \cdot 10^{-4}$ (bij 1500 kper/sec). Voor het beoordelen van de geschiktheid als constructiemateriaal is de buigvastheid een belangrijke eigenschap; zij bedraagt 1200-2000 kg/cm². Deze keramische massa's worden gebruikt voor condensatoren en voor schakelelementen die zich voortdurend in een hoogfrequent veld bevinden.

Voor een tweede groep keramische massa's correspondeert de samenstelling met gebied *B* in het

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

diagram van fig. 8 [5]). Zij hebben eveneens een speksteenbasis. Van de hierboven beschreven massa's verschillen zij hoofdzakelijk daarin, dat zij geen dichtgesinterd, maar een poreus materiaal vormen. Zij worden vooral gebruikt als isolatie- en constructiemateriaal in vacuumbuizen.

Bij de meest gebruikte samenstelling uit gebied *B* is door toevoeging van bariet en zand de thermische uitzettingscoëfficient van de stof op een zodanige waarde gebracht, dat zij tevens gebruikt kan worden voor aansmeltingen aan normaal zacht glas. De mechanische eigenschappen van deze stof zijn matig; de buigvastheid bedraagt ongeveer 700 kg/cm². De waarde van tgδ, in vacuum gemeten, is bij kamertemperatuur omstreeks $10 \cdot 10^{-4}$ (bij 1500 kper/sec). Ook bij hogere temperaturen, mits < 1000 °C, is de verliesfactor, ten gevolge van de zo juist genoemde toeslagstoffen, lager dan die van de meest bekende isolatiematerialen.

De stoffen uit het gebied *B* hebben de gunstige eigenschappen, dat zij in gebakken toestand goed bewerkbaar zijn en dat bij het bakken slechts een kleine krimp optreedt. Deze laatste omstandigheid heeft tot gevolg, dat men bij het gebruik van deze materialen voor vele persstukken met kleinere toleranties kan volstaan dan wanneer men stoffen uit het gebied *A* toepast.

In *fig. 9* zijn een aantal voorwerpen afgebeeld, die in de keramische fabriek te Eindhoven geregeld als massaproduct vervaardigd worden uit de hierboven beschreven materialen.

In de gebieden die in het fasediagram van fig. 8 met *C* en *D* zijn aangegeven, liggen eveneens matetialen die interessant zijn, vooral indien men let op de thermische uitzettingscoëfficient. Deze is nl. voor de keramische stoffen van deze gebieden vrij hoog: 10 à $12 \cdot 10^{-6}$.

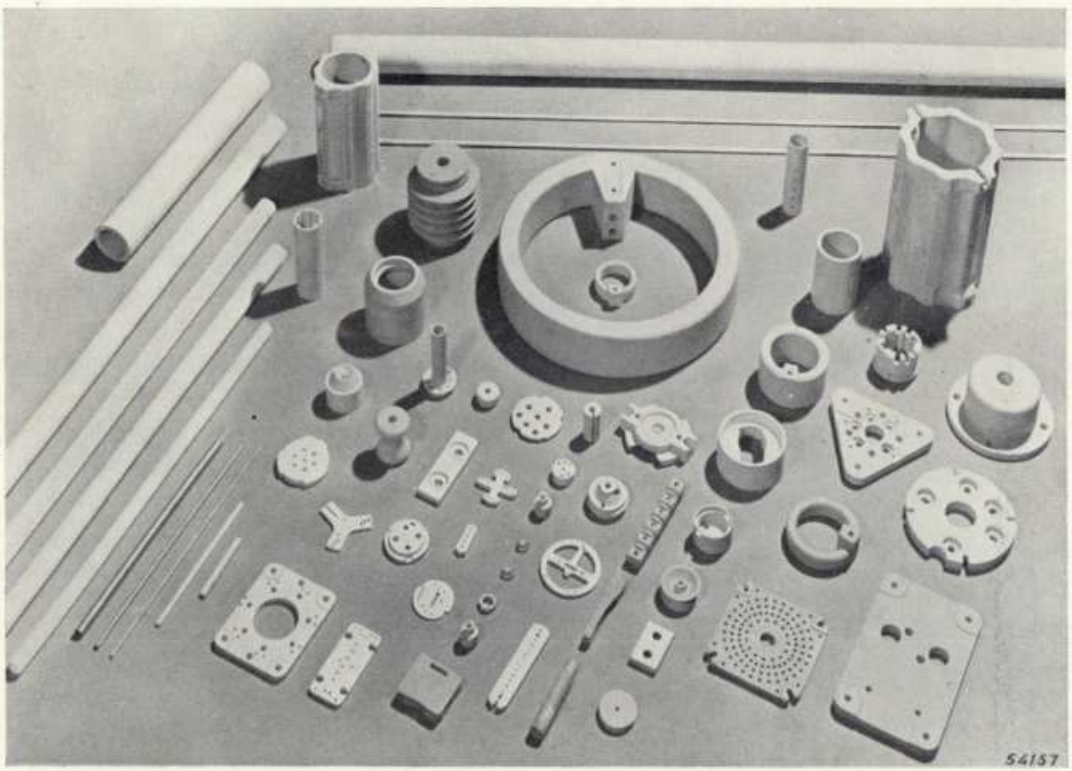

Fig. 9. Enige voorbeelden van keramische onderdelen ten behoeve van de electrotechniek, die in de keramische fabriek te Eindhoven geregeld als massaproduct vervaardigd worden. Deze voorwerpen zijn gemaakt van materialen, die de handelsmerken „Kersima" en „Kerpora" dragen.

De hier bedoelde massa's zijn opgebouwd op MgO-basis [6]). Dit verklaart waarom ze zo moeilijk te verwerken zijn, want magnesiumoxyde reageert met water op dezelfde manier als ongebluste kalk. Indien men er persrollen van zou maken, bijv. voor het persen van buizen en staven, dan worden deze snel hard. Het gebruik van organische oplosmiddelen of binders bij dit materiaal heeft ook vele technische bezwaren.

De eerste stoffen van deze soort die gemaakt werden (gebied *C*), bestonden nagenoeg uitsluitend uit magnesiumoxyde. MgO heeft een zeer hoog

[5]) Deze stoffen dragen het handelsmerk „Kerpora".

[6]) Het handelsmerk van deze stoffen is „Kermanox".

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

smeltpunt, nl. 2800 °C. Aangezien men voor speciale toepassingen een dichtgesinterd materiaal wenste te verkrijgen bij de normaal gebruikelijke stooktemperatuur ($\leqslant$ 1400 °C), was het nodig sintermiddelen toe te passen. Deze moeten met zorg gekozen worden, omdat er anders gevaar bestaat, dat zij de uitzettingscoëfficient te zeer bederven.

Een tweede groep stoffen (gebied *D*), die later ontwikkeld werd, gelijkt meer op forsteriet ($2MgO.SiO_2$). Daarbij zijn de zoëven genoemde bezwaren (de moeilijkheid van het aanmaken van de massa en het vinden van geschikte sintermiddelen) minder ernstig. Door voorstoken van het MgO met de juiste hoeveelheid speksteen kan men het reageren van het magnesiumoxyde met water wel niet geheel onderdrukken, maar men kan dit toch aanzienlijk verminderen, terwijl het dichtsinteren hier ook gemakkelijker gaat, doordat het smeltpunt van forsteriet niet hoger is dan 1880 °C.

De stoffen van gebied *C* en die van gebied *D* zijn uitstekend geschikt voor het vervaardigen van dragers voor draadweerstanden. Bij de ontwikkeling van deze materialen is bereikt, dat de uitzettingscoëfficienten van de weerstanddraad en de keramische drager niet veel verschillen. Het gevolg hiervan is, dat bij het verwarmen van de weerstanden ten behoeve van het glazuren de draad niet los van het dragermateriaal komt te liggen, zodat kortsluitingen voorkomen kunnen worden.

In het gebied *E*, eveneens aangegeven in fig. 8, liggen stoffen wier samenstelling overeenkomt met die van het mineraal cordiëriet ($2MgO.2Al_2O_3.5SiO_2$). Dit is bekend om zijn lage uitzettingscoëfficient. Volgens verschillende onderzoekers bedraagt deze 1,2 tot $2{,}0 \cdot 10^{-6}$. Indien het zou gelukken keramische massa's van deze samenstelling te ontwikkelen, dan kan men zeer lage uitzettingscoëfficienten verwachten. Maar in de practijk is dit moeilijk te verwezenlijken, doordat men bij deze stoffen geen sinterinterval vindt; het materiaal is poreus of het „smelt door". Door de grondstoffen zeer zorgvuldig te kiezen (sillimaniet, speksteen, veldspaat, klei en kaolien) en met een iets hogere uitzettingscoëfficient genoegen te nemen, kan men een materiaal krijgen dat voldoende dicht is (porositeit $\leqslant 2\ \%$). De mechanische eigenschappen van de aldus verkregen keramische massa zijn maar matig; de buigvastheid is bijv. slechts 750 kg/cm². Door de geringe uitzetting bij temperatuurverhoging (uitzettingscoëfficient $\leqslant 2 \cdot 10^{-6}$) is dit materiaal echter zeer geschikt voor de constructie van spoellichamen en het opbouwen van trillingskringen waarvan de capaciteit niet belangrijk mag veranderen.

BOEKBESPREKING

Toepassing van de electronenbuis in radio-ontvangtoestellen en versterkers. Boek I. H.F.- en M.F. versterking, menging en detectie, door B. G. Dammers, J. Haantjes, J. Otte en H. van Suchtelen, 445 blz., 256 figuren. — Philips Technische Bibliotheek (Deel 4 van de reeks over Electronenbuizen) — N.V. Meulenhoff en Co., Amsterdam 1947.

De rol die electronenbuizen in een ontvangtoestel spelen, is wel zeer gevarieerd. Deze grote variatie maakt enerzijds het bestuderen en begrijpen van „radioschakelingen" voor menigeen tot een boeiende bezigheid; anderzijds is de veelvuldigheid van de problemen oorzaak, dat het binnendringen in de geheimen van het ontvangtoestel dikwijls als een moeizame weg wordt beschouwd. Het hier aangekondigde boek is een goede gids op die weg. Het is geschreven door een viertal Philips-medewerkers, die over jarenlange ervaring op dit gebied beschikken, doordat zij zelf het „hoe en waarom" der diverse toepassingen en schakelingen hebben onderzocht en anderen voorlichting daaromtrent hebben verschaft. In het „Voorwoord" wordt dit boek bescheidenlijk aangeduid als een „leidraad voor de toestelconstructeur"; het woord „handboek" zou hier haast beter op zijn plaats zijn, en ook zal ongetwijfeld niet alleen de toestelconstructeur, maar iedereen, die diepergaande studie wil maken van dit gedeelte der radiotechniek, van dit boek veel profijt kunnen hebben.

De stof die behandeld wordt, betreft, kort gezegd: de electronenbuis en haar onmiddellijke omgeving in het ontvangtoestel. Wat de wijze van behandeling betreft: er wordt geen absolute volledigheid nagestreefd, maar wel wordt veel verder op de kwesties ingegaan, dan men in vrijwel alle andere op dit gebied bestaande boeken gewend is.

De omvang van het werk is daarmede in overeenstemming. Het zal in drie delen verschijnen, waarvan het nu aangekondigde het eerste is. Dit eerste boek

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

behandelt: hoogfrequent- en middenfrequentversterking, menging en detectie, waarbij de volgende indeling is gemaakt. In hoofdstuk I wordt eerst de theorie van enkelvoudige en van gekoppelde trillingskringen (bandfilters) uitvoerig gegeven en daarna de hoogfrequent- en middenfrequentversterking in extenso behandeld. Het tweede hoofdstuk, dat over de „menging" handelt, is uit de aard der zaak voor een belangrijk deel gewijd aan de diverse aspecten van de oscillatorschakeling, waarbij ook aan het overoscilleren, de gevolgen van de electronenlooptijd en de frequentieverschuiving de nodige aandacht is besteed. Het probleem van het, met een constant frequentieverschil, gelijk lopen der afstemcondensatoren in de hoogfrequentkring en de oscillatorkring, dat bij het ontwerpen van een superheterodyne-ontvanger zulk een belangrijke rol speelt, wordt in een afzonderlijk hoofdstuk (Bepaling van de paddingkromme) grondig behandeld.

Het vierde hoofdstuk is geheel gewijd aan storingsverschijnselen en vervormingen, die zowel bij de versterking als bij het mengen optreden als gevolg van de karakteristiek-kromming der ontvangbuizen. Het laatste hoofdstuk behandelt de verschillende wijzen van detectie, waarbij in het bijzonder de diode-detectie en alle daarbij optredende gezichtspunten onder de loupe worden genomen.

Aan het slot van elk hoofdstuk vindt men een opgave van de belangrijkste literatuur.

In de aansluitende boeken II en III zullen de verdere onderwerpen behandeld worden, en wel: Boek II, Laagfrequent- en eindversterking, tegenkoppeling en voeding; Boek III, Regelingen, nevenverschijnselen, en de berekening van ontvangers en versterkers.

OVERZICHT VAN RECENTE WETENSCHAPPELIJKE PUBLICATIES DER N.V. PHILIPS' GLOEILAMPENFABRIEKEN

Van deze publicaties, voorzover niet met een sterretje * gemerkt, verstrekt de Administratie van het Natuurkundig Laboratorium, Kastanjelaan, Eindhoven, op aanvrage overdrukken.

1765: J. D. Fast: De rol van zuurstof bij het electrisch lassen (Meded. Vlaamse Chem. Ver. **10**, 1-21, 1948, No. 1).

Voor de inhoud van dit artikel zie Philips techn. T. **10**, 27-35, 1948 (No. 1) en deze overzichten, No. **R47**.

1766: F. L. H. M. Stumpers: Distorsie van signalen met frequentiemodulatie bij doorgang door electrische netwerken (T. Ned. Radiogen. **13**, 1-21, 1948, No. 1).

De distorsie die ontstaat als een frequentiegemoduleerd signaal een electrisch netwerk passeert, wordt berekend met behulp van Fourierontwikkeling of van een reeks volgens Carson en Fry. De door deze laatste auteurs gebruikte methoden worden bestudeerd, en aangetoond wordt dat hun reeks niet convergent, maar asymptotisch is. Een andere asymptotische reeksontwikkeling, meer geschikt voor frequentiemodulatie, wordt aangegeven. De theorie wordt toegepast op eenvoudige netwerken: afgestemde kring, gekoppelde kringen. De productie van harmonische boventonen en van combinatietonen wordt bekeken. — Zie ook Communication News **9**, 82-92, 1948 (No. 3) en de hoofdstukken IV en V van schrijver's dissertatie (deze overzichten No. **1687**).

1767: A. Claassen en J. Corbey: On the electrometric determination of vanadium in steels (Rec. trav. chim. Pays-Bas **67**, 5-10, 1948, No. 1).

Er worden methoden aangegeven om het vanadiumgehalte van gelegeerde staalsoorten electrometrisch te bepalen. In wolfraamvrije staalsoorten wordt vanadium bepaald door titratie met ferrosulfaat bij gespecificeerde zuurgraad. Aangetoond wordt dat deze methode te lage resultaten geeft voor wolfraamhoudende staalsoorten wegens onvolkomen reductie van het V-P-W-complex; volledige reductie vindt plaats door koken met overmaat ferrosulfaat, waarna de bepaling geschiedt door electrometrisch titreren met een standaardpermanganaatoplossing. Kleine hoeveelheden vanadium naast grote hoeveelheden wolfraam kunnen slechts door titratie met ferrosulfaat bepaald worden als een grote hoeveelheid fosforzuur wordt toegevoegd.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!